

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发 明 专 利 说 明 书

专利号 ZL 01812286.8

[51] Int. Cl.

C07C 209/48 (2006.01)

C07C 211/29 (2006.01)

C07C 29/09 (2006.01)

C07C 33/46 (2006.01)

[45] 授权公告日 2006 年 1 月 4 日

[11] 授权公告号 CN 1234678C

[22] 申请日 2001.7.3 [21] 申请号 01812286.8

[30] 优先权

[32] 2000. 7. 4 [33] JP [31] 202786/00

[32] 2000. 7. 31 [33] US [31] 60/221,922

[86] 国际申请 PCT/JP2001/005759 2001.7.3

[87] 国际公布 WO2002/002504 英 2002.1.10

[85] 进入国家阶段日期 2003.1.3

[71] 专利权人 昭和电工株式会社

地址 日本东京都

[72] 发明人 村上正敏 须山右石 森川宏平

审查员 宗 绮

[74] 专利代理机构 北京市中咨律师事务所

代理人 隗永良 刘金辉

权利要求书 3 页 说明书 11 页

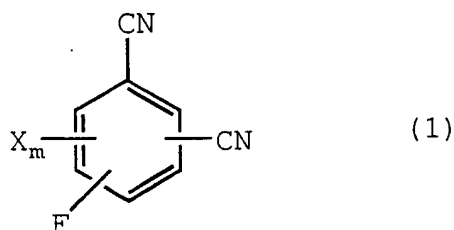
[54] 发明名称

苯二甲醇化合物的制备方法

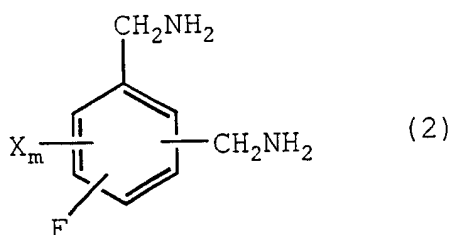
[57] 摘要

本发明提供以工业上有利的方式制备在农业和医药化学品生产中作为起始原料或中间体的氟化苯二甲醇化合物的新方法。本发明的制备氟化苯二甲醇化合物的方法包括：还原氟化苯二腈化合物的腈基得到氟化亚二甲苯基二胺化合物，随后使氟化亚二甲苯基二胺化合物的氨甲基转化为羟甲基。

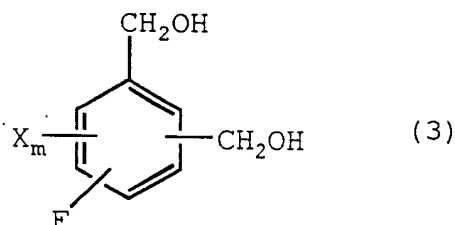
1. 一种制备氟化苯二甲醇化合物的方法, 包括还原式(1)所示的氟化苯二腈化合物的腈基:



其中 X 代表氯原子或氟原子, m 代表 0-3 的整数, 条件是当 m 等于或大于 2 时, X 可以相同或不同, 得到式(2)所示的氟化亚二甲苯基二胺化合物:



其中 X 和 m 具有与上述定义相同的含义, 然后通过制备含有式(2)所示的氟化亚二甲苯基二胺化合物和亚硝酸盐的混合物, 随后向混合物中加入酸, 将该氟化亚二甲苯基二胺化合物的氨甲基转化为羟甲基, 生成式(3)所示的氟化苯二甲醇化合物:



其中 X 和 m 具有与上述定义相同的含义。

2. 权利要求 1 所述的制备氟化苯二甲醇化合物的方法, 其中所述的酸是下式(4)所示的羧酸:



其中 R 代表具有 1-8 个碳原子的烷基或具有 6-8 个碳原子的芳基。

3. 权利要求 2 所述的制备氟化苯二甲醇化合物的方法, 其中所述的羧酸是乙酸。

4. 权利要求 2 或 3 所述的制备氟化苯二甲醇化合物的方法, 其中在加入酸之后, 进行水解。

5. 权利要求 4 所述的制备氟化苯二甲醇化合物的方法, 其中用碱金属的碳酸盐或碳酸氢盐进行所述的水解反应。

6. 权利要求 1 所述的制备氟化苯二甲醇化合物的方法, 其中在为得到式(2)所示的氟化亚二甲苯基二胺化合物所进行的还原式(1)所示的氟化苯二腈化合物的腈基中, 还原反应是通过氢在金属催化剂的存在下进行的。

7. 权利要求 6 所述的制备氟化苯二甲醇化合物的方法, 其中所述的金属催化剂是海绵镍。

8. 权利要求 7 所述的制备氟化苯二甲醇化合物的方法, 其中所述的海绵镍在用于所述反应之前在溶剂中于氢压下加热并搅拌。

9. 权利要求 6 所述的制备氟化苯二甲醇化合物的方法, 其中金属催化剂的用量是所述氟化苯二腈化合物重量的 0.01-1 倍。

10. 权利要求 1 所述的制备氟化苯二甲醇化合物的方法，其中所述的式(1)所示的氟化苯二腈化合物是四氟对苯二腈或四氟间苯二腈，相应的式(3)所示的氟化苯二甲醇化合物是 2,3,5,6-四氟苯二甲醇或 2,4,5,6-四氟苯二甲醇。

苯二甲醇化合物的制备方法

交叉参考的有关申请

本申请是依据 35 U. S. C. 111 (a)提交的专利申请, 依据 35 U. S. C. 119 (e), 请求以依据 35 U. S. C. 111 (b)提交的临时申请 60/221,922(提交于 2000 年 7 月 31 日)的申请日为优先权日。

发明详述

技术领域

本发明涉及制备在农业或医药化学品生产中用作起始原料或中间体的氟化苯二甲醇类化合物的新方法。具体而言, 四氟苯二甲醇在具有优良杀虫活性的环丙烷羧酸酯的生产中是有用的中间体。

背景技术

已知四氟苯二甲醇的环丙烷羧酸酯具有高度的杀虫活性(参见, JP-A-1-238555 (在此使用的术语“JP-A”是指“未审已公布的日本专利申请”))。

对于制备四氟苯二甲醇的方法, 例如, 英国未审专利公开号 2,127,013 公开了一种利用 NaBH_4 还原 2,3,5,6-四氟对苯二甲酰氯的方法, 美国专利 4,189,589 和 4,178,293 公开了一种用乙硼烷还原 2,3,4,5-四氟苯二甲酸的方法, 并且 JP-A-1-238555 公开了一种方法, 其中 2,3,5,6-四氟甲苯和甲基碘在正丁基锂的存在下反应得到 2,3,5,6-四氟二甲苯并且此后, 甲基被溴化、乙酰化且随后水解生成 2,3,5,6-四氟苯二甲醇。

然而, 这些方法在工业上并不是有利的, 因为使用了昂贵的还原剂或者方法耗费很长时间。

还原下述式(1)所示的氟化苯二腈化合物生成下述式(2)所示的氟化亚二甲苯基二胺化合物的反应是已知的。例如, JP-A-4-14096 公开了一种在氢化催化剂的存在下氢化 2,3,5,6-四氟对苯二腈生成相应四氟亚二甲苯基二胺的方法。

使亚二甲苯基二胺与亚硝酸盐在酸性水溶液中反应制备苯二甲醇的方法也是已知的。例如, JP-B-61-1056(在此使用的术语"JP-B"是指"已审结日本专利申请")公开一种亚二甲苯基二胺和亚硝酸盐在水和无机酸的存在下反应生成苯二甲醇的方法。

此外, JP-B-60-35331 公开了一种亚二甲苯基二胺与亚硝酸盐在羧酸和水的存在下反应得到苯二甲醇以及苯二甲醇的一-和二-羧酸酯且其随后水解生成苯二甲醇的方法。

此外, JP-A-2000-86583 公开了一种含氟苄腈衍生物经过还原反应得到含氟苄胺衍生物并随后该含氟苄胺的氨基被羟基置换生成含氟苄醇衍生物的方法。

然而迄今为止, 不曾报导过从氟化苯二腈通过氟化亚二甲苯基二胺化合物, 制备在农业和医药化学品的生产中作为起始原料、中间体或单体的氟化苯二甲醇化合物的情况。

在利用亚硝酸盐于酸的存在下将氨基置换为羟基的情况中, 一般采用一种使含氨基化合物和酸的混合物保持在预定温度下并向其中加入亚硝酸盐或其水溶液的方法。JP-B-61-1056、JP-B-60-35331 和 JP-A2000-86583 也明确提出加入亚硝酸盐同时使胺和酸保持在预定温度下的方法是优选的反应方式。

然而, 根据本发明人的研究, 已经发现当采用这种被普遍认为是优选反应方式的方法来制备式(2)的氟化亚二甲苯基二胺化合物时, 也就是说, 加入亚硝酸盐同时使氟化亚二甲苯基二胺化合物和酸保持在预定温度下, 产物沉淀, 并且由于反应过程中生成氮气, 所以出现发泡。因此, 这种方法不是一种完全令人满意的工业用反应方式。需要更加先进的制备方法, 但这样的改进方法目前还不知道或者未清楚地描述过。在这样的情形下, 上述问题仍然未得到解决。

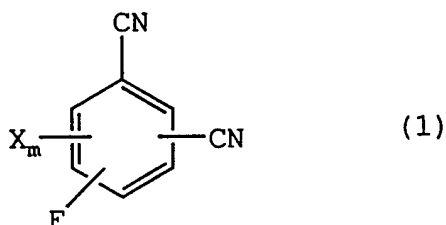
本发明解决的问题

本发明的目的在于提供一种制备在农业或医药化学品生产中用作起始原料或中间体的氟化苯二甲醇化合物的方法，其可以以工业有利的方式实施。本发明还提供一种该制备方法的改进方案。

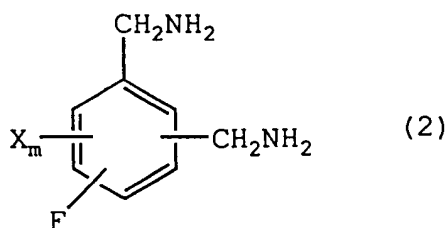
解决问题的方式

本发明包括下列内容。

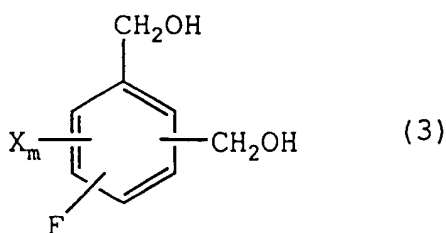
[1]一种制备氟化苯二甲醇化合物的方法，包括还原式(1)所示氟化苯二腈化合物的腈基：



(其中 X 代表氯原子或氟原子，m 代表 0-3 的整数，条件是当 m 等于或大于 2 时，X 可以相同或不同)，得到式(2)所示的氟化亚二甲苯基二胺化合物：



(其中 X 和 m 具有与上述定义相同的含义)，然后转化氟化亚二甲苯基二胺化合物的氨甲基成为羟甲基，生产式(3)所示的氟化苯二甲醇化合物：



(其中 X 和 m 具有与上述定义相同的含义)。

[2][1]中所述的制备氟化苯二甲醇化合物的方法,其中式(2)所示的氟化亚二甲苯基二胺化合物的氮甲基向羟甲基的转化是通过制备含有式(2)所示的氟化亚二甲苯基二胺化合物和亚硝酸盐的混合物,并且随后向其中加入酸并与酸反应来进行的。

[3] [2]中所述的制备氟化苯二甲醇化合物的方法,其中酸是下式(4)所示的羧酸:



(其中 R 代表具有 1-8 个碳原子的烷基或具有 6-8 个碳原子的芳基)。

[4] [3]中所述的制备氟化苯二甲醇化合物的方法,其中所述的羧酸是乙酸。

[5] [3]或[4]中所述的制备氟化苯二甲醇化合物的方法,其中在加入酸之后,进行水解。

[6] [5]中所述的制备氟化苯二甲醇化合物的方法,其中用碱金属的碳酸盐或碳酸氢盐进行水解反应。

[7] 上述[1]-[6]任一项中所述的制备氟化苯二甲醇化合物的方法,其中在为得到式(2)所示的氟化亚二甲苯基二胺化合物所进行的还原式(1)所示的氟化苯二腈化合物的腈基中,还原反应是通过氢在金属催化剂的存在下进行的。

[8] [7]中所述的制备氟化苯二甲醇化合物的方法,其中所述的金属催化剂是海绵镍。

[9] [8]中所述的制备氟化苯二甲醇化合物的方法,其中所述的海绵镍在用于反应中之前在溶剂中氢气压下加热并搅拌。

[10] [7]-[9]中任一项所述的制备氟化苯二甲醇化合物的方法,其中所用金属催化剂的量是氟化苯二腈化合物的 0.01-1 倍。

[11] [1] - [10]中任一项所述的制备氟化苯二甲醇化合物的方法，其中式(1)所示的氟化苯二腈化合物是四氟对苯二腈或四氟间苯二腈，式(3)所示的相应氟化苯二甲醇化合物是 2,3,5,6-四氟苯二甲醇或 2,4,5,6-四氟苯二甲醇。

实施本发明的方式

下面详细描述本发明。

在本发明中用作起始物的式(1)所示的氟化苯二腈化合物是商业上可提供的并很容易买到。式(1)中两个腈基的结合位置没有限制。

式(1)所示的氟化苯二腈化合物的具体实例包括：四氟间苯二腈、四氟对苯二腈、四氟邻苯二腈和 2,4,6-三氟-5-氟间苯二腈。

为了将本发明的式(1)所示的氟化苯二腈化合物还原为式(2)所示的氟化亚二甲苯基二胺化合物(此后有时也称作"还原反应")，可以采用常规已知反应。具体而言，优选一种用氢在氢化催化剂的存在下还原化合物的方法。所述氢化催化剂的实例包括金属催化剂，例如镍、钨、铂、钨、钴和铜。催化剂可以是金属本身或者可以是载体催化剂。可以使用的载体是活性炭、二氧化硅、氧化铝等。催化剂的具体优选实例包括海绵镍、海绵钴和钨/活性炭。

在用海绵镍或海绵钴作为催化剂的情形中，所述的催化剂优选在还原反应之前经过预处理，由此提高活性和选择性。催化剂的预处理是通过在氢气压下在该催化剂重量 1 - 20 倍的溶剂中加热并搅拌催化剂。氢气压没有具体限制，可以是大气压至加压，但该反应优选在氢分压为大气压 - 1MPa 下进行。反应温度优选是 30 - 150℃，更优选 60 - 150℃。催化剂预处理中使用的溶剂的实例包括：醇，例如甲醇、乙醇和 2-丙醇；醚，例如 1,4-二噁烷、1,3-二氧戊环和四氢呋喃；芳烃，例如苯、二甲苯、甲苯和 1,3,5-三甲基苯；和脂族烃，例如己烷或环己烷；并且这些可以单一溶剂或者是其两种或多种混合溶剂的形式使用。其中，优选甲醇、1,4-二噁烷和 1,3-二氧戊环。

氟化催化剂的用量基于式(1)所示的氟化苯二腈化合物的重量计优选是其 0.01 - 1 倍, 更优选 0.1 - 0.5 倍。

本发明还原反应所用溶剂的实例包括醇例如甲醇、乙醇和 2-丙醇, 醚例如 1,4-二噁烷、1,3-二氧戊环和四氢呋喃, 芳烃例如苯、二甲苯、甲苯和 1,3,5-三甲基苯, 脂族烃例如己烷和环己烷, 并且这些可以单一溶剂或者是其两种或多种混合溶剂的形式使用。其中, 优选甲醇、1,4-二噁烷、1,3-二氧戊环和甲苯。溶剂的量基于式(1)所示氟化苯腈化合物重量计优选是其 1 - 100 倍, 更优选 2 - 20 倍。

反应方式没有特别限定, 但可以采用催化剂悬浮液流动控制系统、固定床流动控制系统、喷淋床系统或间歇式系统。

虽然反应温度没有特别限制, 该反应优选在常温至约 150℃ 下进行。虽然该反应的压力可以是大气压至加压, 该反应优选在大气压 - 2 MPa, 更优选在大气压 - 1 MPa 的压力下进行。

按照本发明的还原反应制备的式(2)所示的氟化亚二甲苯基二胺化合物可以在还原反应之后通过例如过滤、离心或沉淀从反应溶液分离出催化剂, 并且随后蒸馏或萃取残余物来进行分离和纯化, 或者该化合物可以无需分离用在下面过程中。

式(2)所示的氟化亚二甲苯基二胺化合物的具体实例包括 2,4,5,6-四氟亚二甲苯基二胺、2,3,5,6-四氟亚二甲苯基二胺、2,3,4,5-四氟亚二甲苯基二胺和 2,4,6 三氟-5-氟亚二甲苯基二胺。

本发明的式(2)所示的氟化亚二甲苯基二胺化合物的氟甲基向羟甲基转化得到式(3)所示的氟化苯二甲醇化合物的反应是通过氟化亚二甲苯基二胺化合物与亚硝酸盐在酸的存在下进行的 (此后有时称作"重氮化反应")。由于从亚硝酸盐和酸生成亚硝酸, 氨基被转化为重氮化合物。该反应称作重氮化反应。由此得到的重氮化合物因水而分解产生氮, 并由此生成羟基。

本发明用的重氮化反应可以利用一般反应方式进行, 使含氮基化合物和酸的混合物保持在预定温度下并向其中加入亚硝酸盐或亚硝酸盐水

溶液。然而在这种情况下，沉淀出产物并由于反应过程中产生的氮，该反应溶液可能会出现液面的突爆或类似情形，因此在工业中实施需要非常小心。重氮化反应适宜通过一种加料顺序与上述常规方法相反的方法来完成，也就是说，制备式(2)所示的氟化亚二甲苯基二胺化合物和亚硝酸盐的混合物，然后向其中加入酸。在利用这种方法的情况中，制成的氟化苯二甲醇化合物在反应溶液中不会沉淀并且该反应溶液可以防止出现发泡。

利用上述一般性重氮化反应的反应方式所遇到的起泡现象似乎归因于产物氟化苯二甲醇化合物所特有的性质，更加具体地说是，二甲醇的高熔点和在反应溶液中的低溶解度，这是因为产物已被氟化。例如，氟化苄醇的熔点在 2,3,6-三氟苄醇下是 43 - 44℃ 且在五氟苄醇下是 32℃。另一方面，2,3,5,6-四氟苯二甲醇的熔点等于或大于 120℃。所以，氟化苯二甲醇的熔点与氟化苄醇相比大大提高。此外，1,4-苯二甲醇室温下在水中的溶解度为约 57g/L，而 2,3,5,6-四氟苯二甲醇室温下在水中的溶解度为约 25g/L。因此，与苯二甲醇的溶解度相比，氟化苯二甲醇的溶解度明显低。此外，在用羧酸作为本发明的重氮化反应的酸时，生成的一-和二-羧酸酯在水中溶解度非常低的事实也被认为是问题的原因。

本发明的重氮化反应所用的亚硝酸盐优选是亚硝酸钠或亚硝酸钾。亚硝酸盐的用量基于式(2)所示的氟化亚二甲苯基二胺化合物的摩尔计优选是 2 - 5 倍，更优选 2 - 3 倍。

反应所用的酸是无机酸或式(4)所示的羧酸。无机酸的实例包括硫酸、硝酸和磷酸，羧酸的实例包括甲酸、乙酸和丙酸。

无机酸或羧酸的用量基于式(2)所示的氟化亚二甲苯基二胺化合物的摩尔计是 2 - 5 倍，更优选 2 - 2.5 倍。

为了在本发明的重氮化反应之后使生成的重氮化合物分解为羟基，需要水，而在重氮化反应时产生的水可以起到这种作用。在采用制备式(2)所示的氟化亚二甲苯基二胺化合物和亚硝酸盐的混合物且随后向其中加入酸的重氮化反应方式中，优选在向式(2)所示的氟化亚二甲苯基二胺

化合物和亚硝酸盐的混合物中加入酸之前加入水，因为可以达到充分搅拌。在这种情况下，水的加入量基于式(2)所示的氟化亚二甲苯基二胺化合物的重量计优选是1-20倍，更优选2.5-10倍。

该反应温度没有特别限制，但优选0-100℃，更优选0-50℃。优选将式(2)的氟化亚二甲苯基二胺化合物、亚硝酸盐和水设定在上述范围内的反应温度下，并在保持该温度下加入酸。所述的酸可以其自身加入，或者以水溶液的形式加入。在用无机酸作为酸的情况中，得到式(3)所示的氟化苯二甲醇化合物，在用式(4)所示的羧酸作为酸时，式(3)所示的氟化苯二甲醇化合物的一-和二-羧酸酯与目标式(3)所示的氟化苯二甲醇共存。从这些一-和二-羧酸酯，通过水解一-和二-羧酸酯可以得到式(3)所示的氟化苯二甲醇化合物。在滴加酸完毕之后，当在相同温度或加热下搅拌该溶液时，进行水解反应。水解反应也可以通过加入碱来进行。加入的碱没有特别限制但优选弱碱，例如碳酸氢钠或碳酸氢钾。

本发明的反应完毕之后，所得式(3)所示的氟化苯二甲醇化合物可以通过萃取、溶剂蒸馏或重结晶来分离和纯化。

式(3)所示的氟化苯二甲醇化合物的具体实例包括，例如2,4,5,6-四氟苯二甲醇、2,3,5,6-四氟苯二甲醇、2,3,4,5-四氟苯二甲醇和2,4,6-三氟-5-氯苯二甲醇等化合物。

本发明的效果

按照本发明的制备方法，可以以工业上有利的方式制备在农业或医药化学品的生产中用作中间体等的氟化苯二甲醇化合物。

实施例

参照实施例对本发明加以描述，但本发明不以任何方式受到这些实施例的限制。

实施例 1:

[2,3,5,6-四氟亚二甲苯基二胺的合成]

向 500ml 容积不锈钢制高压釜加入 5.0g 海绵镍催化剂 R210 (NIKKO RIKA 生产)和 50g 甲醇,随后室温下使其中的氢压设定在 0.2 MPa。开始加热和搅拌高压釜,当温度达到 110℃时,高压釜在该温度下保持 1 小时且随后冷却。向高压釜中加入 20.0g(100 mmol) 2,3,5,6-四氟对苯二腈和 125g 甲醇,此后室温下将其中氢气压设定在 0.85MPa。在压力保持在 0.85MPa 的同时,开始加热和搅拌该高压釜。1 小时后温度达到 80℃,氢吸收中止。随后,冷却该反应溶液,通过过滤除去催化剂,通过蒸馏除去溶剂并在减压下蒸馏残余物,从而得到 18.3g 2,3,5,6-四氟亚二甲苯基二胺,为白色结晶。由 GC 面积百分比测定的纯度是 99.2%,收率 87.2%。

实施例 2:

[2,3,5,6-四氟苯二甲醇的合成]

向带有温度计、搅拌单元、氮气入口和回流冷凝器的 200ml 容积的烧瓶内加入 10.4g(50.0 mmol)实施例 1 中合成的 2,3,5,6-四氟亚二甲苯基二胺、50g 水和 10.35g(150.0 mmol)亚硝酸钠,在室温下将该混合物搅拌 30 分钟。随后,反应器在水浴中冷却下,在 60 分钟内滴加 7.51g(125.0 mmol)乙酸,同时保持反应体系的内部等于或低于 40℃。乙酸加入完毕之后,加入 0.8g 碳酸氢钠,并将该混合溶液进一步在 40℃下搅拌 60 分钟。所得反应溶液用 10.0g 甲乙酮萃取,有机相用 5.0g 5 重量%硫酸水溶液洗涤,此后通过蒸馏除去甲乙酮,从而得到 9.1g 2,3,5,6-四氟苯二甲醇,为白色结晶。

从 GC 面积百分比测定的纯度是 98.9%,收率是 85.7%。

实施例 3:

[2,3,5,6-四氟苯二甲醇的合成]

向带有温度计、搅拌单元、氮气入口和回流冷凝器的 200ml 容积的烧瓶内,加入 10.4g(50.0 mmol)实施例 1 中合成的 2,3,5,6-四氟亚二甲苯基二胺、50g 水和 10.35g(150.0 mmol)亚硝酸钠,将该混合物在室温下搅

拌 30 分钟。此后，反应器在水浴冷却下，在 60 分钟内滴加 6.13 g(62.5 mmol)硫酸，同时保持反应体系的内部等于或低于 40℃。所得的反应溶液用 10.0 g 的甲乙酮萃取，有机相用 5.0g 5 重量%硫酸水溶液洗涤，此后通过蒸馏除去甲乙酮，从而得到 7.9 g 的 2,3,5,6 四氟苯二甲醇，为白色结晶。从 GC 面积百分比测定的纯度是 98.3%，收率为 73.9%。

实施例 4:

[2,3,5,6-四氟亚二甲苯基二胺的合成]

向 500ml 体积不锈钢制高压釜中加入 5.0g 海绵镍催化剂 R210 (NIKKO RIKA 制造)、20.0 g 四氟对苯二腈和 175 g 甲醇，此后室温下将其中的氢压设定在 0.85 MPa。在保持压力为 0.85 MPa 的同时，开始加热和搅拌高压釜。50 分钟之后温度达到 80℃，氢吸收中止。此后，冷却该反应溶液，通过过滤除去催化剂，通过蒸馏除去溶剂且在减压下蒸馏残余物，从而得到 10.3g 白色结晶。所得白色结晶通过 GC 分析，发现是 2,3,5,6-四氟亚二甲苯基二胺和 2,3,5,6-四-4-氟基苄胺的混合物。2,3,5,6 四氟亚二甲苯基二胺与 2,3,5,6-四氟-4-氟基苄胺的 GC 面积比是 23/77。

实施例 5:

[2,3,5,6-四氟苯二甲醇的合成]

向带有温度计、搅拌单元、氮气入口和回流冷凝器的 200ml 容积的烧瓶内，加入 10.4 g (50.0 mmol)实施例 1 中合成的 2,3,5,6-四氟亚二甲苯基二胺、50g 水和 9.0 g (150.0 mmol)乙酸，该混合物在室温下搅拌 30 分钟。此后，反应器在水浴中冷却下，滴加 21.56 g(125.0 mmol) 40 重量%亚硝酸钠水溶液，同时保持反应体系的内部等于或低于 40℃。当将约 30% 的亚硝酸钠水溶液加入到该反应体系时，该体系沉淀出不溶性组分并出现剧烈发泡。因此，停止亚硝酸钠水溶液的滴加直至泡沫平静。发泡消失后，重新开始滴加亚硝酸钠水溶液，但泡沫再次产生。重复在发泡消失后重新开始滴加亚硝酸钠的操作并且经 5 小时和 20 分钟后，滴加完毕。所得反应溶液用 10.0g 甲乙酮萃取，有机相用 5.0g 5 重量%硫酸水溶液洗

漆，此后通过蒸馏除去甲乙酮，从而得到 8.9 g 的 2,3,5,6-四氟苯二甲醇，为白色结晶。由 GC 面积百分比测定的纯度是 97.9%，收率为 82.9%。