



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102066300 B

(45) 授权公告日 2013. 12. 25

(21) 申请号 200880122662. 9

(22) 申请日 2008. 12. 22

(30) 优先权数据

11/965, 137 2007. 12. 27 US

(85) PCT申请进入国家阶段日

2010. 06. 24

(86) PCT申请的申请数据

PCT/US2008/013981 2008. 12. 22

(87) PCT申请的公布数据

W02009/085247 EN 2009. 07. 09

(73) 专利权人 碳卤化合物产品公司

地址 美国南卡罗来纳州

(72) 发明人 巴里·琼斯 乔尔·斯温森

保罗·马泽尔

(74) 专利代理机构 北京康信知识产权代理有限公司
11240

代理人 李丙林 张英

(51) Int. Cl.

C07C 41/38 (2006. 01)

(56) 对比文件

WO 2007019161 A2, 2007. 02. 15,

WO 2007019161 A2, 2007. 02. 15,

CN 1430592 A, 2003. 07. 16, 说明书第 6 页第
8 行至第 7 页第 13 行.

CN 1914506 A, 2007. 02. 14,

US 2004/0124076 A1, 2004. 07. 01, 说明书第
[0003] 段.

CN 1256686 A, 2000. 06. 14, 全文.

审查员 何梅孜

权利要求书2页 说明书5页

(54) 发明名称

纯化氟甲基 1,1,1,3,3,3- 六氟异丙基醚 (七
氟烷) 的方法

(57) 摘要

一种用于纯化粗氟甲基 1,1,1,3,3,3- 六氟
异丙基醚 (七氟烷) 的方法。该粗七氟烷在一定
条件下反复用水冲洗,并持续一段足以将 1,1,1,
3,3,3- 六氟异丙醇 (HFIP) 的水平降低至不超过
200ppm 或不超过 100ppm 的时间。

1. 一种用于由包含七氟烷和超过 200ppm 的 1,1,1,3,3,3- 六氟异丙醇 (HFIP) 的粗七氟烷获得纯化的氟甲基 1,1,1,3,3,3- 六氟异丙基醚 (七氟烷) 的方法,所述方法包括

- a) 将所述粗七氟烷与足以形成包括水相和七氟烷相的多相混合物的量的水混合;
- b) 将所述水相和所述七氟烷相在一定条件下相互接触,并持续一段足以将至少一部分 HFIP 从所述七氟烷相中萃取至所述水相中的时间;
- c) 无需分馏而分离所述多相混合物的多个相;
- d) 如果必要,重复步骤 a) 至 c),直至七氟烷相中 HFIP 水平降低至不超过 200ppm;以及

e) 分离含有不超过 200ppm HFIP 的纯化的七氟烷;

其中所述 HFIP 从所述粗七氟烷中去除而无需将所述粗七氟烷与含水碱溶液接触。

2. 根据权利要求 1 所述的方法,其中所述纯化的七氟烷包含不超过 100ppm 的 HFIP。

3. 根据权利要求 1 所述的方法,其中所述纯化的七氟烷包含不超过 20ppm 的 HFIP。

4. 根据权利要求 1 所述的方法,其中所述纯化的七氟烷包含不超过 10ppm 的 HFIP。

5. 根据权利要求 1 所述的方法,其中所述粗七氟烷是粗七氟烷产品的一部分。

6. 根据权利要求 5 所述的方法,其中所述粗七氟烷产品通过将 HFIP、甲醛和氟化氢 (HF) 进行反应而生产。

7. 根据权利要求 6 所述的方法,其中所述粗七氟烷产品通过将 HFIP、甲醛和化学计量过量的 HF 进行反应而生产。

8. 根据权利要求 1 所述的方法,其中所述粗七氟烷进一步包含氟化氢 (HF),而所述方法进一步包括在步骤 a) 之前降低所述粗七氟烷中的 HF 的量。

9. 根据权利要求 1 所述的方法,其可以按照连续方式实施。

10. 一种用于获得纯化的氟甲基 1,1,1,3,3,3- 六氟异丙基醚 (七氟烷) 的方法,所述方法包括:

i) 通过将 1,1,1,3,3,3- 六氟异丙醇 (HFIP)、甲醛和氟化氢 (HF) 反应而生产粗七氟烷;

ii) 降低所述粗七氟烷中的 HF 的量;

iii) 将所述粗七氟烷与足以形成包括水相和七氟烷相的多相混合物的量的水混合;

iv) 将所述水相和所述七氟烷相在一定条件下相互接触,并持续一段足以将至少一部分 HFIP 从所述七氟烷相中萃取至所述水相中的时间;

v) 无需分馏而分离所述多相混合物的多个相;

vi) 如果必要,重复步骤 iii) 至 v),直至七氟烷相中 HFIP 水平降低至不超过 200ppm;以及

vii) 分离含有不超过 200ppm HFIP 的纯化的七氟烷;

其中,所述 HFIP 从所述粗七氟烷中去除而无需将所述粗七氟烷与含水碱溶液接触。

11. 根据权利要求 10 所述的方法,其中所述纯化的七氟烷包含不超过 100ppm 的 HFIP。

12. 根据权利要求 10 所述的方法,其中所述纯化的七氟烷包含不超过 20ppm 的 HFIP。

13. 根据权利要求 10 所述的方法,其中所述纯化的七氟烷包含不超过 10ppm 的 HFIP。

14. 根据权利要求 10 所述的方法,其中所述粗七氟烷通过将 HFIP、甲醛和化学计量过量的 HF 进行反应而生产。

15. 根据权利要求 10 所述的方法,其按照连续方式进行实施。

16. 一种用于从含有七氟烷和超过 100ppm 的 1,1,1,3,3,3-六氟异丙醇 (HFIP) 的粗七氟烷中获得纯化的氟甲基 1,1,1,3,3,3-六氟异丙基醚 (七氟烷) 的方法,所述方法包括:

- a) 将所述粗七氟烷与足以形成包括水相和七氟烷相的多相混合物的量的水混合;
- b) 将所述水相和所述七氟烷相在一定条件下相互接触,并持续一段足以将至少一部分 HFIP 从所述七氟烷相中萃取至所述水相中的时间;
- c) 无需分馏而分离所述多相混合物的多个相;
- d) 如果必要,重复步骤 a) 至 c),直至七氟烷相中 HFIP 水平降低至不超过 100ppm;以及
- e) 分离含有不超过 100ppm HFIP 的纯化的七氟烷;

其中,所述 HFIP 从所述粗七氟烷中去除而无需将所述粗七氟烷与含水碱溶液接触。

17. 根据权利要求 16 所述的方法,其中所述纯化的七氟烷包含不超过 20ppm 的 HFIP。

18. 根据权利要求 16 所述的方法,其中所述纯化的七氟烷包含不超过 10ppm 的 HFIP。

19. 根据权利要求 16 所述的方法,其中所述粗七氟烷是粗七氟烷产品的一部分。

20. 根据权利要求 19 所述的方法,其中所述粗七氟烷产品通过将 HFIP、甲醛和氟化氢 (HF) 进行反应而生产。

21. 根据权利要求 20 所述的方法,其中所述粗七氟烷产品通过将 HFIP、甲醛和化学计量过量的 HF 进行反应而生产。

22. 根据权利要求 16 所述的方法,其中所述粗七氟烷进一步包含氟化氢 (HF),而所述方法进一步包括在步骤 a) 之前降低所述粗七氟烷中的 HF 的量。

23. 根据权利要求 16 所述的方法,其按照连续方式进行实施。

纯化氟甲基 1,1,1,3,3,3- 六氟异丙基醚（七氟烷）的方法

技术领域

[0001] 本发明总体上涉及用作吸入麻醉药的氟甲基 1,1,1,3,3,3- 六氟异丙基醚（七氟烷）的生产和纯化。

背景技术

[0002] 对于七氟烷的生产已知存在几种方法,尤其是利用甲醛（或甲醛等价物如多聚甲醛或三噁烷）、氟化氢（HF）和 1,1,1,3,3,3- 六氟异丙醇（HFIP）的反应。美国专利 No. 4, 250, 334 描述了一种方法,其中 HFIP 加入到化学计量过量的多聚甲醛和 HF 与足量硫酸的混合物中以便整合（sequester）反应中形成的大部分水。WO 97/25303 描述了一种生产七氟烷的方法,其中基本纯的二（氟甲基）醚（BFME）能够与 HFIP 和硫酸发生反应。美国专利 No. 6, 469, 219（219）描述了一种方法,其中 HFIP 和甲醛等价物能够与过量的 HF 在蒸馏或萃取条件下反应而生成七氟烷。

[0003] 在所有这些方法中,在产品混合物中可以残留未反应的 HFIP、和 BFME、甲基六氟异丙基醚（MHFIP）、含有 HFIP 和甲醛部分的聚醚、以及各种其它非所需物质。这些杂质必须从粗七氟烷产品中去除而获得药用形式的物料。例如,药用形式的七氟烷应该含有不到约 20ppm 的 HFIP。

[0004] 在粗七氟烷产品中的许多杂质能够通过蒸馏去除。然而,HFIP 很难从七氟烷中蒸馏出,因为这两种分子具有类似的沸点而可以形成共沸混合物。例如专利 US 2004/0124076 已经报道了用水简单冲洗粗七氟烷产品以去除 HFIP 是无效、耗时的且成本高昂。

[0005] 因此,欧洲专利申请 EP 703450 的实施例 1 描述了一种通过加热硫酸、氢氟酸和多聚甲醛的反应混合物而生产七氟烷的工艺方法。所得的粗产品用水萃取 3 次。作为对应的美国专利申请的审查程序的结果（使得美国专利 7, 230, 142 得到授权）,该混合物后来表明含有约 4.7% 的 HFIP。这个量对于临床级别的七氟烷是不可接受的。

[0006] WO 99/44978 和相关的美国专利 US 7, 230, 142 描述了一种通过实施粗七氟烷的含水碱洗而从七氟烷中去除 HFIP 的工艺方法。该工艺方法需要小心控制按照所存在的 HFIP 的量成比例使用的碱的量,并小心控制温度,以避免一些七氟烷转化成七氟烷化合物 A（1,1,1,3,3- 五氟异丙烯基氟甲基醚）,这是一种高度毒性的所不期望的副产物。需要采用重复取样和分析的长时间处理以确保适当去除 HFIP 而不会形成过量的七氟烷化合物 A。因此,这种方法具有缺点,其复杂且增加了生产工艺过程的成本。

[0007] 美国专利 No. 7, 230, 142 还描述了两个比较例,其中 HFIP 和七氟烷的混合物采用纯水进行冲洗而试图去除 HFIP。在一个比较例中,通过用水冲洗而将与七氟烷构成的混合物中初始含量为 10% 的 HFIP 降低至 3.4% 的 HFIP。在另一比较例中,在与七氟烷构成的混合物中初始含量为 0.25% 的 HFIP,通过用水冲洗根本没有降低。

[0008] WO 02/50005 和相关专利 US 2004/0124076 描述了一种方法,其用于通过将七氟烷和 HFIP 的粗组合物与改性剂接触而改变醚和 / 或醇的蒸汽压来纯化粗七氟烷产品混合物。随后,醚和醇可以通过蒸馏分离。改性剂典型地是含有能够与 HFIP 键合或至少向 HFIP

提供电子的基团（如氨基）的化合物。这种改性剂的使用增加了生产工艺方法的成本和复杂性，因为，改性剂必须从（i）七氟烷和（ii）再循环回到反应相中的未反应 HFIP 中完全去除。改性剂随后必须再循环利用或分离处置。当使用胺或硫醇用作改性剂时，气味问题也是要考虑的。

[0009] Middleton 和 Lindsey 在 Journal of the American Chemical Society, 1964, 86 : 4948-4952 中描述了氟化仲醇如六氟异丙醇的共沸物，其中正常沸点高于这种醇的沸点。对破坏（break）这些共沸物的方法也进行了描述，但是未描述这些共沸物的应用。

[0010] Halocarbon Products Corporation 的国际 PCT 申请 US2006/030046 描述了一种用于纯化含有不可接受的高水平 HFIP 的粗七氟烷产品的工艺方法。在这个方法中，粗七氟烷产品与足量水混合而形成多相混合物，多相混合物进行分馏，并从分馏的多相混合物中去除基本纯的七氟烷。这种方法的缺点是蒸馏会增加工艺方法的成本和复杂性。

[0011] 七氟烷合成的其它推荐方法，如描述于美国专利 No. 6, 100, 434 中的方法，通过采用更复杂的合成方法避免了七氟烷 / 六氟异丙醇分离的这个困难。

[0012] 用于有效分离七氟烷和 HFIP 的简单方法是仍然需要的。令人惊讶的是，本发明人已经找到了一种用于纯化粗七氟烷而获得纯化的七氟烷的简单廉价且方便的工艺方法。

发明内容

[0013] 本发明是一种用于从粗七氟烷中获得纯化的氟甲基 1,1,1,3,3,3- 六氟异丙基醚（七氟烷）的方法。在该方法中，粗七氟烷与足以形成多相混合物的量的水混合。多相混合物既有水相又有七氟烷相。水相和七氟烷相在一定条件下相互接触，并持续一段足以将至少一部分 HFIP 从七氟烷相中萃取至水相中的时间。随后，无需分馏可将多相混合物的多个相分离。如果必要，这些步骤可以重复，直至分离出仅含有可接受量 HFIP 的纯化的七氟烷。HFIP 从粗七氟烷中去除而无需将粗七氟烷与含水碱溶液接触。

[0014] 在一个实施方式中，粗七氟烷包含七氟烷、超过 200ppm 的 1,1,1,3,3,3- 六氟异丙醇（HFIP）和可选的氟化氢（HF）。在该实施方式中分离出的纯化的七氟烷包含不超过 200ppm，优选不超过约 150ppm 的 HFIP，更优选不超过约 100ppm，甚至更优选不超过约 20ppm，而最优选不超过约 10ppm HFIP。

[0015] 在另一实施方式中，粗七氟烷包含七氟烷、超过 100ppm 的 1,1,1,3,3,3- 六氟异丙醇（HFIP）和可选的氟化氢（HF）。在该实施方式中分离出的纯化的七氟烷包含不超过 100ppm 的 HFIP，优选不超过约 20ppm，而更优选不超过约 10ppm 的 HFIP。

[0016] 本发明的粗七氟烷可以是粗七氟烷产品的一部分。粗七氟烷产品通过将 HFIP、甲醛和氟化氢（HF）进行反应来生产。优选该粗七氟烷产品通过将 HFIP、甲醛和化学计量过量的 HF 进行反应来生产。

[0017] 本发明的工艺方法可以进一步包括在将粗七氟烷与水混合之前降低粗七氟烷中的 HF 的量。

[0018] 本发明的工艺方法可以按照连续方式进行实施。

[0019] 在本发明的另一实施方式中，纯化的氟甲基 1,1,1,3,3,3- 六氟异丙基醚（七氟烷）可以通过将 HFIP、甲醛和 HF 反应而生产粗七氟烷并随后降低粗七氟烷中的 HF 的量而获得。接着粗七氟烷与足以形成包括水相和七氟烷相的多相混合物的量的水混合。水相和

七氟烷相在一定条件下相互接触,并持续一段足以将至少一部分 HFIP 从七氟烷相中萃取至水相中的时间。无需分馏可分离该多相混合物的多个相。

[0020] 将粗七氟烷与足以形成包括水相和七氟烷相的多相混合物的量的水混合;将水相和七氟烷相在一定条件下相互接触,并持续一段足以将至少一部分 HFIP 从七氟烷相中萃取至水相中的时间;以及无需分馏而分离该多相混合物的多个相的这些步骤,如果必要,可以进行重复。随后分离出含有可接受量的 HFIP 的纯化的七氟烷。可实现从粗七氟烷中去除 HFIP,而无需将粗七氟烷与含水碱溶液接触。

[0021] 在本发明的这个实施方式中,在纯化的七氟烷中可接受量的 HFIP 为不超过 200ppm,优选不超过约 150ppm HFIP,更优选不超过约 100ppm,甚至更优选不超过约 20ppm,而最优选不超过约 10ppm 的 HFIP。

[0022] 优选在该反应的过程中,通过将 HFIP、甲醛和化学计量过量的 HF 进行反应而生产出粗七氟烷。

[0023] 本发明的这个实施方式可以按照连续方式实施。

具体实施方式

[0024] 本发明涉及粗七氟烷的纯化。在一个实施方式中,粗七氟烷是指含有超过 200ppm 1,1,1,3,3,3-六氟异丙醇 (HFIP) 的氟甲基 1,1,1,3,3,3-六氟异丙基醚。粗七氟烷产品是指用于制备粗七氟烷的反应的产物。例如,粗七氟烷产品是指含有粗七氟烷、反应的任何副产物和未反应起始物料的产物混合物。

[0025] 粗七氟烷含有任何来源的 HFIP。例如,未反应的 HFIP 典型地存在于粗七氟烷产品中。粗七氟烷产品中未反应的 HFIP 的量取决于用于生产七氟烷的具体反应,以及实施反应所采用的条件。例如,在粗七氟烷或粗七氟烷产品中可以存在超过 100ppm,超过 200ppm 超过 1,000ppm,超过 1%,或超过 5% 的 HFIP。

[0026] 生产粗七氟烷产品的反应可以是得到七氟烷的任何反应。在一个实施方式中,粗七氟烷产品通过 HFIP、甲醛和氟化氢 (HF) 进行反应而生产。优选七氟烷通过 HFIP、甲醛和化学计量过量的 HF 进行反应而生产。这个工艺方法描述于美国专利 No. 6,469,219 ('219) 中。本文中所使用的术语“甲醛”不仅是指甲醛本身,而且还指甲醛的任何等价物,例如,甲醛多聚物如三噁烷和多聚甲醛。例如,粗七氟烷产品可以包含来自未反应试剂的 HF、副产物、或由粗七氟烷产品蒸馏的共沸物。

[0027] 在优选的工艺方法中,在首先将粗七氟烷与水混合之前,降低粗七氟烷产品中的 HF 的量。可以根据已知的工艺步骤如描述于 '219 专利中的那些,例如,在实施例 4~6 中的描述,来降低 HF 的量而获得第二粗七氟烷产品。'219 专利的实施例 4、5 和 6 结合于本文中作为参考。

[0028] 粗七氟烷和粗七氟烷产品可以含有或不含有溶剂。一些合适的溶剂包括美国专利 No. 6,469,219 中公开的溶剂,例如,含氯氟烃、含氯烃、全氟烃、全氟醚和烃。具体溶剂的一些实例包括 1,2,3-三氯丙烷、异辛烷和全氟甲基十氢萘。溶剂也可以是混合物,如以上提及的溶剂的超过一种的混合物,以及 Krytox (DuPont)。优选的溶剂是 HC-0.8 油,这是四氯六氟丁烷的一种混合物,可以从 Halocarbon Products Corporation 商购获得。在美国专利 No. 6,469,219 中公开的这些和其它溶剂结合于本文中作为参考。粗七氟烷典型地主要

含有七氟烷,没有其它溶剂。

[0029] 纯化的七氟烷是指经过本发明的工艺过程处理的粗七氟烷。在纯化的七氟烷中 HFIP 的量已被降低至可接受的水平。在获得纯化的七氟烷的纯化工艺过程的中间阶段的产物,如果它们含有超过可接受量的 HFIP,则称之为粗七氟烷。

[0030] 在一个实施方式中,粗七氟烷含有超过 200ppm 的 HFIP,而作为本发明的结果分离的纯化的七氟烷中可接受量的 HFIP 为不超过 200ppm,优选不超过约 150ppm,更优选不超过约 100ppm,甚至更优选不超过约 20ppm,而最优选不超过约 10ppm。在另一实施方式中,粗七氟烷含有超过 100ppm 的 HFIP,而作为本发明的结果分离的纯化的七氟烷中可接受量的 HFIP 为不超过 100ppm,优选不超过约 20ppm,而更优选不超过约 10ppm。在又一实施方式中,粗七氟烷含有超过 20ppm 的 HFIP,而作为本发明的结果分离的纯化的七氟烷中可接受量的 HFIP 为不超过 20ppm,优选不超过约 10ppm。在另一实施方式中,粗七氟烷含有超过 10ppm 的 HFIP,而作为本发明的结果分离的纯化的七氟烷中可接受量的 HFIP 为不超过 10ppm。

[0031] 本发明的工艺方法提供了待与水接触的粗七氟烷。与粗七氟烷混合的水是任何来源的水,并且是非碱性的。优选该水具有的 pH 值为约 7 或更低。合适来源的水包括大多数工业的和生活供给水。这种水可以直接来自水龙头而使用。自来水 (tap water) 可以可选地进一步纯化,如通过蒸馏、反向渗透、或流经过离子交换柱,但是这通常是没有必要的。

[0032] 向粗七氟烷中加入足量的水而形成含有至少七氟烷相和水相的多相混合物。加入的水的量能够凭经验确定,但是这个量一方面受限于基本上将所有的 HFIP 从七氟烷中去除的必要性,而同时另一方面受限于将由于在水中的可溶性而造成的产品损失量最小化。在本发明优选的实施方式中,每一萃取步骤中水与粗七氟烷的比率 wt/wt. 低至 1 : 500,优选 1 : 400,而更优选 1 : 300。水与粗七氟烷的比率可以高至 200 : 1,优选 150 : 1,而更优选 100 : 1。合适的水量范围可以通过将任何最小量与任何最大量混合而获得。

[0033] 将水相和七氟烷相进行相互接触的步骤通过本领域已知的方法和设备进行实施。设备设计应该进行选择以便确保这些相有效地实现紧密接触。例如,无搅拌的重力柱 (gravity column) 优选采用“填充”或阻隔而促进湍流来混合这两相。

[0034] 在间歇式工艺方法中,多相混合物可以手动振荡;或搅拌、混合或机械搅拌。在连续工艺方法中,七氟烷相和水相的接触可以采用本领域众所周知的连续萃取方法和设备完成。这种设备,例如,包括混合器-沉降器、无搅拌重力柱、有搅拌的重力柱以及离心器件。连续接触的效率可以通过采用逆流流体而提高,这在本领域也是已知的。

[0035] 这些相在一定条件下在合适的容器中接触,并持续一段适合于将在七氟烷层中剩余的至少绝大部分 HFIP 萃取至水层中的时间。这些相在任何方便的压力和温度下接触。例如,这些相可以在约 1~约 60℃ 之间的温度下接触。在室温下 (例如,约 10℃~约 30℃,优选约 15℃~约 25℃) 和大气压下实施这些相的接触是最方便的。

[0036] 随后,通过本领域内除分馏之外的任何已知方法来分离多相混合物的多个相。分离的方法和实施分离所需的时间,可以根据例如所采用的接触方法、所使用的容器类型、相的数目等进行变化。例如,在包含填料 (packing) 的重力柱中,填料的类型可以改变相分离所需的时间;然而,在分液漏斗中,能够在视觉上观察到相分离以及分离的层。在大多数情况下,在相分离之后将水相丢弃。

[0037] 当以间歇式的方式来实施 HFIP 的去除时,本发明的纯化步骤,例如,包括 (a) 将粗

七氟烷与水混合而形成多相混合物, (b) 将水相和七氟烷相相互接触, 以及 (c) 不使用分馏而分离多相混合物的多个相, 如果必要, 反复进行本发明的纯化步骤, 直至七氟烷相中 HFIP 水平降低至不超过可接受的量, 例如, 200ppm, 优选降低至不超过约 150ppm, 更优选降低至不超过约 100ppm, 甚至更优选降低至不超过约 20ppm, 而最优选降低至不超过约 10ppm, 视情况而定。如果在首次冲洗之后未完成纯化, 就重复纯化步骤足够的次数而获得所需的 HFIP 降低。例如, 重复的次数最低可以为 2, 典型地约 4, 而更典型地为约 6。重复的最大次数为约 30, 典型地约 25, 而更典型地约 20。在一个实施方式中, 重复的次数为约 10 ~ 约 15。

[0038] 接触时间主要通过方便性和去除 HFIP 的效率来确定。任何导致显著量的 HFIP 去除的接触时间都是合适的。在间歇式工艺方法中, 例如, 这些相可以相互接触持续约 5min 至约 2h, 而优选约 15min 至约 1h。

[0039] 当以连续方式来实施 HFIP 去除时, 含 HFIP 的水相被连续去除, 而用新鲜水代替。因此, 没有必要重复这些步骤。例如, 在连续工艺方法中的接触时间可以短至约 2s, 约 10s, 约 30s, 或约 60s。接触时间一般不会超过约 24h, 而更典型地不超过约 10h 或不超过约 2h。

[0040] 在本发明一个附加的优选实施方式中, 用于获得纯化的七氟烷的工艺方法包括生产粗七氟烷, 并且在进一步纯化之前降低粗七氟烷中所含 HF 的量。生产粗七氟烷的优选方法如上描述并描述于美国专利 No. 6, 469, 219 (‘219) 中。在 ‘219 专利中七氟烷合成的描述结合于本文中作为参考。

[0041] 本发明可以通过参照以下实施例而更好地理解。以下实施例举例说明本发明而非意在以任何方式限制本发明或其范围。

[0042] 实施例 1 :

[0043] 预先由 HFIP、HF 和甲醛 (三噁烷) 通过描述于美国专利 No. 6, 469, 219 中的反应蒸馏工艺方法制备粗七氟烷, 冷却直至形成两层。分离出主要含有七氟烷的有机层。然后, 该粗七氟烷产品用水在室温和大气压下冲洗 8 次。在最后冲洗后, 七氟烷层含有不到 10ppm 的 HFIP。

[0044] 实施例 2 :

[0045] 预先由 HFIP、HF 和甲醛 (三噁烷) 通过描述于美国专利 No. 6, 469, 219 中的反应蒸馏工艺方法制备粗七氟烷, 冷却直至形成两层。分离出主要含有七氟烷的有机层。然后, 该粗七氟烷产品在室温和大气压下用 50wt% 的水冲洗 4 次, 每次约 30min。在最后冲洗后, 七氟烷层含有不到 10ppm 的 HFIP。

[0046] 实施例 3 :

[0047] 在连续冲洗工艺方法中, 预先由 HFIP、HF 和甲醛等价物通过描述于美国专利 No. 6, 469, 219 中的反应蒸馏工艺方法制备七氟烷, 冷却直至形成两层。分离出主要含有七氟烷的有机层, 并在重力条件下沿直径 1 英寸 × 5 英尺高的柱子流下。柱子用塑料填充物填充而促进产生湍流。同时, 水逆流向上通过柱子。粗七氟烷的流速为 0.5kg/hr, 而水的流速为 1.0kg/hr。留在管底的纯化的七氟烷含有不到 10ppm 的 HFIP。

[0048] 尽管已经描述了目前被认为是本发明的优选实施方式, 本领域内技术人员将会意识到, 在不偏离本发明的精神的条件下可以作出变化和修改, 并意在要求保护所有这些变化和修改, 这都落入到本发明的实际范围内。