



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101171218 B

(45) 授权公告日 2011. 12. 07

(21) 申请号 200680015065. 7

(22) 申请日 2006. 05. 01

(30) 优先权数据

60/677, 277 2005. 05. 03 US

(85) PCT申请进入国家阶段日

2007. 11. 02

(86) PCT申请的申请数据

PCT/US2006/016668 2006. 05. 01

(87) PCT申请的公布数据

W02006/119212 EN 2006. 11. 09

(73) 专利权人 雅宝公司

地址 美国路易斯安那州

(72) 发明人 文森特·吕克·米泰尔

让-菲利普·特里茨

(74) 专利代理机构 北京银龙知识产权代理有限公司

公司 11243

代理人 钟晶

(51) Int. Cl.

C07C 17/16 (2006. 01)

C07C 17/38 (2006. 01)

(56) 对比文件

US 5858953 A, 1999. 01. 12, 全文.

W0 03/042138 A, 2003. 05. 22, 全文.

审查员 尹晓娟

权利要求书 3 页 说明书 12 页

(54) 发明名称

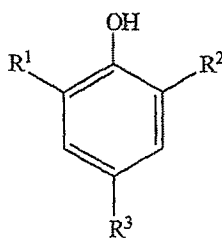
具有低酸性的 1- 溴丙烷

(57) 摘要

本发明提供了一种方法, 该方法包括, 将至少一种酚与 1- 溴丙烷产品混合物进行混合以形成含有酚的 1- 溴丙烷产品混合物, 以及从所述含有酚的 1- 溴丙烷产品混合物中回收纯化的 1- 溴丙烷产品。本发明还提供了一种用于从 1- 丙醇和溴化氢制备 1- 溴丙烷产品混合物的方法, 其特征在于, 将至少一种酚与所述 1- 溴丙烷产品混合物进行混合以形成含有酚的 1- 溴丙烷产品混合物, 以及从所述含有酚的 1- 溴丙烷产品混合物中回收纯化的 1- 溴丙烷产品。

1. 一种纯化 1- 溴丙烷产品的方法, 该方法包括, 将至少一种酚与 1- 溴丙烷产品混合物进行混合以形成含有酚的 1- 溴丙烷产品混合物, 以及从所述含有酚的 1- 溴丙烷产品混合物中回收纯化的 1- 溴丙烷产品, 其中, (I) 以每 1000 重量份 1- 溴丙烷产品混合物至少 0.5 重量份的酚的比例将所述酚与所述 1- 溴丙烷产品混合物进行混合, 以及 (ii) 所述酚是至少一种单核酚, 其具有直接连接到苯环上的一个或者两个羟基, 其分子中一共具有 6 ~ 16 个碳原子, 除了所述苯环的芳香族不饱和外, 所述的至少一种酚不含有其它的不饱和, 其中, 所述 1- 溴丙烷产品混合物含有 2- 溴丙烷、1, 2- 二溴丙烷、单溴丙酮、1- 丙醇、丙醛、丙酸、水和溴化氢中的一种或者多种。

2. 根据权利要求 1 所述的方法, 其中, 所述的酚在其分子中仅包含碳原子、氢原子和氧原子, 并且可选择地, 其中, 所述的酚是下式的一种或者多种被取代的酚:



其中,

A) R^1 和 R^2 都是氢原子, 并且 R^3 是含有 1 ~ 5 个碳原子范围的烷氧基; 或者

B) R^1 是羟基, R^2 是氢原子, 并且 R^3 是含有 1 ~ 5 个的碳原子范围的烷基; 或者

C) R^1 和 R^2 独立地都是烷基, R^1 和 R^2 中碳原子的总数目范围为 5 ~ 10 个, R^1 和 R^2 中至少一个是叔烷基, 并且 R^3 是氢原子; 或者

D) R^1 和 R^2 独立地都是烷基, R^1 和 R^2 中碳原子的总数目范围为 5 ~ 10 个, R^1 和 R^2 中至少一个是叔烷基, 并且 R^3 是含有 1 个或者 2 个碳原子的烷基。

3. 根据权利要求 1 所述的方法, 其中, 所述的酚选自自由 4- 甲氧基苯酚、4- 叔丁基 -1, 2- 二羟基苯、2, 6- 二叔丁基苯酚、2, 6- 二叔丁基 -4- 甲基苯酚或者前述酚中任意两种或者更多种的组合所组成的组中, 和 / 或其中, 将所述酚以每 1000 重量份 1- 溴丙烷产品混合物 0.5 重量份至 10 重量份的酚范围的比例与所述 1- 溴丙烷产品混合物进行混合。

4. 根据权利要求 1 所述的方法, 其中, 在进行所述混合之前, 使用水或使用至少一种无机碱的水溶液将所述 1- 溴丙烷产品混合物洗涤至少一次, 和 / 或使用水或使用至少一种无机碱的水溶液将纯化的 1- 溴丙烷产品洗涤至少一次。

5. 根据权利要求 1 所述的方法, 其中, 仅将水、至少一种无机碱的水溶液以及所述的酚与所述的 1- 溴丙烷产品混合物进行接触, 或者仅将水和至少一种无机碱的水溶液与所述纯化的 1- 溴丙烷产品进行接触。

6. 根据权利要求 1 所述的方法, 其中, 将至少一种 1, 2- 环氧化物与所述纯化的 1- 溴丙烷产品进行混合, 并且可选择地, 其中, 混合所述 1, 2- 环氧化物, 使 1, 2- 环氧化物在纯化的 1- 溴丙烷产品中的重量浓度在 100ppm 至 600ppm 的范围内。

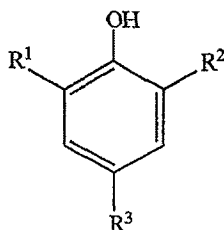
7. 根据权利要求 6 所述的方法, 其中, 所述 1, 2- 环氧化物是环氧丁烷。

8. 根据权利要求 1 所述的方法, 该方法还包括从所述纯化的 1- 溴丙烷产品形成最终的 1- 溴丙烷产品, 所述最终的 1- 溴丙烷产品是在进行干燥和加入 1, 2- 环氧化物之后的纯化的 1- 溴丙烷产品, 其中, 所述最终的 1- 溴丙烷产品在 60°C 下 30 天后具有以 HBr 重量浓度

计算低于 10ppm 的酸性。

9. 一种包含至少一种酚和 1- 溴丙烷产品混合物的组合物, 其中, (I) 所述酚以每 1000 重量份 1- 溴丙烷产品混合物至少 0.5 重量份的酚的比例存在; 以及 (ii) 所述酚是至少一种单核酚, 其具有直接连接到苯环上的一个或者两个羟基, 其分子中一共具有 6 ~ 16 个碳原子, 除了所述苯环的芳香族不饱和外, 所述的至少一种酚不含有其它的不饱和, 其中, 所述 1- 溴丙烷产品混合物含有 2- 溴丙烷、1, 2- 二溴丙烷、单溴丙酮、1- 丙醇、丙醛、丙酸、水和溴化氢中的一种或者多种。

10. 根据权利要求 9 所述的组合物, 其中, 所述酚在其分子中仅含有碳原子、氢原子和氧原子, 并且可选择地, 所述的酚是下式的一种或者多种被取代的酚:



其中,

A) R^1 和 R^2 都是氢原子, 并且 R^3 是含有 1 ~ 5 个碳原子范围的烷氧基; 或者

B) R^1 是羟基, R^2 是氢原子, R^3 是含有 1 ~ 5 个的碳原子范围的烷基; 或者

C) R^1 和 R^2 独立地都是烷基, R^1 和 R^2 中碳原子的总数目范围为 5 ~ 10 个, R^1 和 R^2 中至少一个是叔烷基, 并且 R^3 是氢原子; 或者

D) R^1 和 R^2 独立地都是烷基, R^1 和 R^2 中碳原子的总数目范围为 5 ~ 10 个, R^1 和 R^2 中至少一个是叔烷基, 并且 R^3 是含有 1 个或者 2 个碳原子的烷基。

11. 根据权利要求 9 所述的组合物, 其中, 所述的酚选自自由 4- 甲氧基苯酚、4- 叔丁基 -1, 2- 二羟基苯、2, 6- 二叔丁基苯酚、2, 6- 二叔丁基 -4- 甲基苯酚或者前述酚中任意两种或者更多种的组合所组成的组中, 和 / 或其中, 所述酚以每 1000 重量份 1- 溴丙烷产品混合物 0.5 重量份至 10 重量份的酚范围的比例存在。

12. 根据权利要求 9、10 或 11 中任一项所述的组合物, 其中, 在所述组合物中仅存在所述的酚和所述的 1- 溴丙烷产品混合物。

13. 一种由权利要求 1 所述的方法获得的组合物, 该组合物包含纯化的 1- 溴丙烷产品, 该纯化的 1- 溴丙烷产品是通过将 1- 溴丙烷产品混合物与至少一种酚以每 1000 重量份 1- 溴丙烷产品混合物至少 0.5 重量份的酚的比例进行混合并接着去除所述至少一种酚而获得的, 其中所述的酚是至少一种单核酚, 其具有直接连接到苯环上的一个或者两个羟基, 其分子中一共具有 6 ~ 16 个碳原子, 除了所述苯环的芳香族不饱和外, 所述的至少一种酚不含有其它的不饱和, 其中, 所述 1- 溴丙烷产品混合物含有 2- 溴丙烷、1, 2- 二溴丙烷、单溴丙酮、1- 丙醇、丙醛、丙酸、水和溴化氢中的一种或者多种。

14. 根据权利要求 13 所述的组合物, 其中, 存在 1, 2- 环氧化物, 并且, 在所述组合物中所述 1, 2- 环氧化物具有 250ppm 至 500ppm 的重量浓度范围, 并且可选择地, 其中, 所述 1, 2- 环氧化物是环氧丁烷。

15. 根据权利要求 13 所述的组合物, 其中, 所述组合物具有低于 100ppm 的水重量含量。

16. 根据权利要求 13、14 或 15 中任一项所述的组合物, 其中, 在所述组合物中仅存在纯

化的 1- 溴丙烷产品和至少一种 1,2- 环氧化物,或者在所述组合物中仅存在纯化的 1- 溴丙烷产品。

17. 根据权利要求 13、14 或 15 中任一项所述的组合物,其中,所述组合物在 60℃下 30 天后具有以 HBr 重量浓度计算低于 10ppm 的酸性。

具有低酸性的 1- 溴丙烷

技术领域

[0001] 本发明涉及 1- 溴丙烷产品,其在储存过程中具有降低的形成酸的趋势,以及涉及生产这类产品的方法。

背景技术

[0002] 1- 溴丙烷 (也被称作正丙基溴化物或者丙基溴化物) 可以用作脱脂剂,特别是对金属部分进行脱脂,以及用于在电路板生产中的清洗溶液中。在这些应用中,1- 溴丙烷存在某些杂质是不期望的,因为这些杂质对 1- 溴丙烷进行接触的基材具有有害作用。在制造时,起始的 1- 溴丙烷产品混合物含有杂质,包括 2- 溴丙烷 (异丙基溴化物)、1,2- 二溴丙烷、单溴丙酮、1- 丙醇、丙醛、丙酸、水和溴化氢 (HBr) 中的一种或者多种。这些杂质中的某些杂质会随着时间降解而产生酸例如 HBr 和丙酸。因此,痕量的 HBr 通常会存在于最终的 1- 溴丙烷产品中 ;此外最终的 1- 溴丙烷产品的酸性会随着时间提高。酸性成分 (species) 对于 1- 溴丙烷的性能质量是有害的,因为它们会对采用 1- 溴丙烷的基材造成腐蚀或者使其变色。本领域已经努力通过将清除酸的化合物 (例如 1,2- 环氧化合物) 加入到 1- 溴丙烷中解决这一问题。金属钝化剂例如硝基甲烷和 1,3- 二氧戊环也已经被使用。这些添加剂的问题是与其使用相关的成本,并且当它们降低 1- 溴丙烷产品中的酸含量时会被消耗。添加剂的消耗速率会出现这样的情况,在一段时间之后,没有添加剂进一步降低 1- 溴丙烷产品中所存在的酸。在这种情况下,1- 溴丙烷的酸含量会提高到有害的水平。因此,需要更好的方法以将 1- 溴丙烷中的酸性杂质最小化,特别是不会破坏 1- 溴丙烷性能的方法。

[0003] 发明内容

[0004] 本发明提供了最终的 1- 溴丙烷产品,其具有随时间产生酸性成分的降低的趋势。特别的,本发明可以提供最终的 1- 溴丙烷产品,其满足在 60℃ 下将酸性保持低于 10ppm 持续至少 30 天,而不降低最终的 1- 溴丙烷产品的性能的需求。令人吃惊的是,已经发现 1- 溴丙烷产品混合物与至少一种酚接触会降低或防止在据此所产生的最终的 1- 溴丙烷产品中酸性的形成。特别地,如果依据本发明使用酚或多种酚对 1- 溴丙烷产品混合物进行处理,则最终的 1- 溴丙烷产品的酸性会被降低 (与没有经过这样处理的最终的 1- 溴丙烷产品相比), 并且通常经过酚处理的最终的 1- 溴丙烷产品的酸性在 60℃ 下将酸性保持低于 10ppm 持续至少 30 天。这里所使用的术语“最终的 1- 溴丙烷产品”表示已经被至少一种酚处理的 1- 溴丙烷产品混合物,并且酚已经被从其中去除,并且可选择地已经进行了进一步地纯化。类似地,术语“1- 溴丙烷产品混合物”如这里所用通常表示 1- 溴丙烷,其含有一种或者多种在制造 1- 溴丙烷的过程中随其形成的杂质。更具体的,所述在本发明的方法中所使用的 1- 溴丙烷产品混合物通常含有 1- 溴丙烷和一种或者多种在制造 1- 溴丙烷的过程中随其形成的杂质 ; 这些杂质如上面所述。

[0005] 本发明部分涉及从 1- 溴丙烷产品混合物去除酸性成分和 / 或形成酸的成分的方法,而与制备 1- 溴丙烷产品混合物的方法无关。本发明的方法导致降低酸性成分和 / 或形

成酸的成分,所述成分可以包括丙醇、丙醛和丙酸。例如,从 1- 丙醇和 HBr 所形成的 1- 溴丙烷产品混合物通常含有丙醇、丙醛和丙酸,而从丙烯和 HBr 所形成的 1- 溴丙烷产品混合物则通常含有丙酸。因此,对通过这些方法所制备的 1- 溴丙烷产品混合物实施本发明的方法是有利的。

[0006] 根据本发明,1- 溴丙烷产品混合物被与至少一种酚混合。在混合后,进行纯化步骤以降低 1- 溴丙烷产品混合物中酚处理产品和未反应的酚的含量。最终的 1- 溴丙烷产品是从与酚接触的 1- 溴丙烷产品混合物获得的。如果期望,可以向本发明的最终的 1- 溴丙烷产品中加入传统的添加剂例如酸清除剂和金属钝化剂。

[0007] 本发明的一个实施方式是一种方法,该方法包括,将至少一种酚与 1- 溴丙烷产品混合物进行混合,以形成含有酚的 1- 溴丙烷产品混合物,以及从该含有酚的 1- 溴丙烷产品混合物中回收纯化的 1- 溴丙烷产品。(I) 以每 1000 重量份 1- 溴丙烷产品混合物至少大约 0.5 重量份的酚的比例将所述酚与 1- 溴丙烷产品混合物进行混合;(ii) 所述酚是至少一种单核酚,其具有直接连接到苯环上的一个或者两个羟基,其分子中一共具有 6 ~ 16 个碳原子,除了所述苯环的芳香族不饱和外,所述的至少一种酚不含有其它的不饱和。

[0008] 在本发明中,所使用的术语“含有酚的 1- 溴丙烷产品混合物”表示已经混合了酚的 1- 溴丙烷产品混合物,但是其 1- 溴丙烷产品混合物并没有从酚中分离出来,即以一種形式或者其他形式的一种酚或者多种酚存在于 1- 溴丙烷产品混合物中。类似地,这里所使用的术语“纯化的 1- 溴丙烷产品”表示已经与至少一种酚进行混合的 1- 溴丙烷产品混合物,并且已经将酚从其中分离出去。通常和优选地,所述纯化的 1- 溴丙烷产品经历了进一步地纯化以形成最终的 1- 溴丙烷产品;如果所纯化的 1- 溴丙烷产品不进行进一步地纯化的话,则所述的纯化的 1- 溴丙烷产品就是最终的 1- 溴丙烷产品。

[0009] 本发明的另一个实施方式是用于从 1- 丙醇和溴化氢制备 1- 溴丙烷产品混合物的方法,其特征在于将 1- 溴丙烷产品混合物与至少一种酚混合,以形成含有酚的 1- 溴丙烷产品混合物,以及从含有酚的 1- 溴丙烷产品混合物中回收纯化的 1- 溴丙烷产品。(I) 以每 1000 重量份 1- 溴丙烷产品混合物至少大约 0.5 重量份的酚的比例将所述酚与 1- 溴丙烷产品混合物进行混合;(ii) 所述酚是至少一种单核酚,其具有直接连接到苯环上的一个或者两个羟基,其分子中一共具有 6 ~ 16 个碳原子,除了所述苯环的芳香族不饱和外,所述至少一种酚不含有其它的不饱和。

[0010] 本发明的另一个实施方式是一种组合物,其包含至少一种酚和 1- 溴丙烷产品混合物,其中所述酚以每 1000 重量份 1- 溴丙烷产品混合物至少大约 0.5 重量份的酚的比例存在。所述酚或者多种酚是至少一种单核酚,其具有直接连接到苯环上的一个或者两个羟基,其分子中一共具有 6 ~ 16 个碳原子,除了所述苯环的芳香族不饱和外,所述的至少一种酚不含有其它的不饱和。

[0011] 本发明的另一个实施方式是一种组合物,其包含一种纯化的 1- 溴丙烷产品,其是一种 1- 溴丙烷产品混合物,其中所述 1- 溴丙烷产品混合物已经以每 1000 重量份 1- 溴丙烷产品混合物至少大约 0.5 重量份的酚的比例与至少一种酚进行接触,并且已经将所述酚从其中去除。所述的酚或者多种酚都是至少一种单核酚,其具有直接连接到苯环上的一个或者两个羟基,其分子中一共具有 6 ~ 16 个碳原子,除了所述苯环的芳香族不饱和外,所述至少一种酚不含有其它的不饱和。

[0012] 通过后面的描述以及所附的权利要求,本发明的这些和其它实施方式与特征将会更清楚。

具体实施方式

[0013] 在本文中,除了以其他方式特别说明外,术语 ppm 的意思是每百万份中的份数 (wt/wt)。

[0014] 在本发明中所使用的优选 1- 溴丙烷产品混合物具有至少大约 90% 的纯度,更优选的是至少大约 95% 的纯度,更加优选至少大约 98% 的纯度,每种情况中余量的是在制备所述 1- 溴丙烷产品混合物的过程中所产生的一种或者多种杂质。

[0015] 在形成 1- 溴丙烷产品混合物之后的几乎任何点都可以将酚或者多种酚与 1- 溴丙烷产品混合物进行混合。尽管所述酚或者多种酚可以与粗 1- 溴丙烷产品混合物混合 (即在对所述 1- 溴丙烷产品混合物进行任何纯化之前),但通常并且优选使用水和 / 或使用至少一种无机碱的水溶液在与所述酚混合之前对所述粗 1- 溴丙烷产品混合物进行洗涤 (washing)。在将所述酚与所述 1- 溴丙烷产品混合物混合之前可以对所述 1- 溴丙烷产品混合物进行多于一次的洗涤或者其他纯化步骤,例如蒸馏。

[0016] 通常所述酚以固体形式或者液体形式与 1- 溴丙烷进行混合。尽管所述酚或者多种酚能以预先形成的溶液与 1- 溴丙烷产品混合物进行混合,但是不推荐使用溶液,因为在形成预先形成的溶液中所使用的溶剂可以将不期望的杂质引入到 1- 溴丙烷产品混合物中。

[0017] 为了将酚或多种酚与 1- 溴丙烷产品混合物进行混合,所述酚可以被加入到 1- 溴丙烷产品混合物中,1- 溴丙烷产品混合物也可以被加入到所述酚中,或者所述酚与 1- 溴丙烷产品混合物可以被共同供给到容器或者混合区域中。优选,所述酚或者多种酚被加入到 1- 溴丙烷产品混合物中。

[0018] 对于将酚或多种酚与 1- 溴丙烷产品混合物进行混合,优选碱性条件。所述 pH 优选在大约 8 ~ 大约 10 的范围内;更高的 pH 值是可以接受的,但不是必要的。“碱性条件”的意思是在将水溶液与 1- 溴丙烷产品混合物进行搅拌并且水相与有机相能够分离时,所述水相的 pH 高于 7。典型地,碱性条件是通过使用无机碱的水溶液对 1- 溴丙烷产品混合物进行一次或者多次洗涤而达到的,优选使用碱金属碱,更优选使用碱金属的氢氧化物。在碱性条件下进行操作的优点是水洗或者使用无机碱的水溶液进行洗涤会从纯化的 1- 溴丙烷产品混合物中萃取出丙酸。在酸性条件下将酚或者多种酚与 1- 溴丙烷产品混合物进行混合也是可以接受的,但不优选。

[0019] 在混合之后,将所述的酚从含有酚的 1- 溴丙烷产品混合物中分离以从所述含有酚的 1- 溴丙烷产品混合物中回收纯化的 1- 溴丙烷产品。可以采用传统的分离方法,例如溶剂萃取、蒸馏和洗涤;其中蒸馏是用于从含有酚的 1- 溴丙烷产品混合物中回收纯化的 1- 溴丙烷产品所优选的分离方法。推荐和优选使用水或者使用无机碱的水溶液进行至少一次洗涤。对所述纯化的 1- 溴丙烷产品可以进行进一步的纯化例如另外的蒸馏或者使用水或者使用无机碱的水溶液进行一次或者多次额外的洗涤。尽管有时在纯化的 1- 溴丙烷产品和最终的 1- 溴丙烷产品中会残余痕量的所述酚 (例如大约 0.5 ~ 10ppm),但是在进行下面所描述的非挥发性残余测试时,具有这些痕量酚的最终的 1- 溴丙烷产品通常具有低于大约

3ppm 的非挥发性残余物。

[0020] 在本发明的方法中,在所有其他纯化步骤(如果还有的话)已经被进行之后,干燥通常是对纯化的 1- 溴丙烷产品进行纯化中的最后步骤。通常不期望在干燥步骤之后将酚或者多种酚与 1- 溴丙烷产品混合物进行混合,因为所述酚将残余在最终的 1- 溴丙烷产品中。

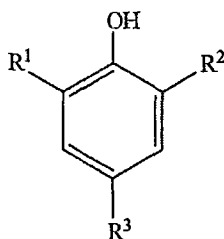
[0021] 通常,本发明的方法对 1- 溴丙烷产品混合物进行干燥是通过将纯化的 1- 溴丙烷产品与干燥剂接触而进行的。适当的干燥剂是本领域中熟知的,其包括氯化钙、硫酸镁、硫酸钙、碳酸钾等。本发明的实施中优选的干燥剂是氯化钙。优选地,干燥持续到纯化的 1- 溴丙烷产品的水含量低于大约 100ppm(wt/wt);更优选,干燥持续到纯化的 1- 溴丙烷产品的水含量低于大约 80ppm(wt/wt)。通常,纯化的 1- 溴丙烷产品在干燥后是最终的 1- 溴丙烷产品。

[0022] 在本发明的优选方法中,1,2- 环氧化物被与纯化的 1- 溴丙烷产品进行混合。所述 1,2- 环氧化物可以在干燥步骤之前或之后被混合入纯化的 1- 溴丙烷产品中,或者可以在干燥步骤之前将一部分 1,2- 环氧化物与纯化的 1- 溴丙烷产品进行混合,另一部分(其余的)1,2- 环氧化物可以在干燥步骤之后与纯化的 1- 溴丙烷产品进行混合。通常,在进行干燥和加入 1,2- 环氧化物之后的纯化的 1- 溴丙烷产品是最终的 1- 溴丙烷产品。

[0023] 在本发明的实施中,所述酚或者多种酚是至少一种单核酚,其具有直接连接到苯环上的一个或者两个羟基,并且分子中一共具有 6 ~ 16 个碳原子,除了所述苯环的芳香族不饱和外,所述至少一种酚不含有其它的不饱和。优选单核酚为那些分子中只包含碳、氢和氧原子的单核酚。这类单核酚的一些非限制性例子包括苯酚、儿茶酚、间苯二酚、对苯二酚、邻甲氧基苯酚、水杨醇、香芹酚、麝香草酚、邻甲苯酚、间甲苯酚、对甲苯酚、邻乙基苯酚、邻异丙基苯酚、2,6- 二异丙基苯酚、邻叔丁基苯酚、对叔丁基苯酚和邻环己基苯酚。

[0024] 在本发明特别优选的实施方式中,所述单核酚是下式的一种或者多种被取代的酚:

[0025]



[0026] 其中,

[0027] A) R^1 和 R^2 都是氢原子,并且 R^3 是含有 1 ~ 5 个碳原子范围的烷氧基(优选 1 ~ 3 个的范围);或者

[0028] B) R^1 是羟基, R^2 是氢原子, R^3 是含有 1 ~ 5 个的碳原子范围的烷基(优选叔丁基或叔戊基);或者

[0029] C) R^1 和 R^2 独立地都是烷基, R^1 和 R^2 中碳原子的总数目范围为 5 ~ 10 个, R^1 和 R^2 中至少一个是叔烷基,并且 R^3 是氢原子;或者

[0030] D) R^1 和 R^2 独立地都是烷基, R^1 和 R^2 中碳原子的总数目范围为 5 ~ 10 个, R^1 和 R^2 中至少一个是叔烷基,并且 R^3 是含有 1 个或者 2 个碳原子的烷基。

[0031] 上面 A)、B)、C) 或 D) 中优选的取代酚的非限制性例子包括 4- 甲氧基苯酚、4- 乙氧基苯酚、4- 丙氧基苯酚、4- 异丙氧基苯酚、4- 丁氧基苯酚、4- 叔丁氧基苯酚、4- 戊氧基苯酚、4- 甲基 -1,2- 二羟基苯、4- 乙基 -1,2- 二羟基苯、4- 丙基 -1,2- 二羟基苯、4- 异丁基 -1,2- 二羟基苯、4- 叔丁基 -1,2- 二羟基苯、4- 叔戊基 -1,2- 二羟基苯、2- 甲基 -6- 叔丁基苯酚、2- 乙基 -6- 叔丁基苯酚、2- 甲基 -6- 叔戊基苯酚、2- 乙基 -6- 叔戊基苯酚、2- 异丙基 -6- 叔丁基苯酚、2,6- 二叔丁基苯酚、2,6- 二叔戊基苯酚、2,4- 二甲基 -6- 叔丁基苯酚、2,4- 二乙基 -6- 叔丁基苯酚、2- 乙基 -6- 叔丁基苯酚、2,4- 二甲基 -6- 叔戊基苯酚、2,4- 二乙基 -6- 叔戊基苯酚、2- 异丙基 -4- 甲基 -6- 叔丁基苯酚、2,6- 二叔丁基 -4- 甲基苯酚、2,6- 二叔丁基 -4- 乙基苯酚和 2,6- 二叔戊基 -4- 甲基苯酚。在这些被取代的酚中, 优选 4- 甲氧基苯酚、4- 叔丁基 -1,2- 二羟基苯、2,6- 二叔丁基苯酚、2,6- 二叔丁基 -4- 甲基苯酚或者其中任意两种或者多种的组合。特别优选 2,6- 二叔丁基 -4- 甲基苯酚 (也被称作 2,6- 二叔丁基对甲基苯酚, 有时缩写为 BHT)。

[0032] 前面所述单核酚的任意两种或者多种的混合物都可以用于本发明的实施中。

[0033] 通常在本发明的实施中与 1- 溴丙烷产品混合物混合或者接触的酚的比例是每 1000 重量份 1- 溴丙烷产品混合物中至少大约 0.5 重量份的酚。优选以每 1000 重量份 1- 溴丙烷产品混合物大约 0.5 重量份至大约 10 重量份的酚的比例将酚或者多种酚与 1- 溴丙烷产品混合物进行混合; 更优选, 酚与 1- 溴丙烷产品混合物进行混合的比例范围是每 1000 重量份 1- 溴丙烷产品混合物中大约 1 重量份至大约 6 重量份的酚。在本发明的实施中可以使用更大量的酚, 但不是特别优选的, 因为使用上面所述的量可以达到优秀的结果。

[0034] 各种水溶性的无机碱可以用于无机碱的水溶液中。这些无机碱包括碱金属、碱土金属、锌、铵的氧化物、氢氧化物、醋酸盐、硫酸盐、碳酸盐以及碳酸氢盐等。适当的碱的例子包括氧化钠、氧化钾、氧化钙、氧化锌、氢氧化铵、氢氧化锂、氢氧化钠、氢氧化钾、氢氯化铷、氢氯化镁、氢氧化钙、氢氧化钡、氢氧化锌、硝酸铵、硫酸铵、醋酸锂、碳酸锂、醋酸钠、碳酸氢钠、碳酸钠、醋酸钾、碳酸氢钾、碳酸钾、亚硝酸钾、亚硫酸钾、碳酸铷、醋酸铯、碳酸氢铯、碳酸镁、碳酸钙和碳酸锌。可以使用两种或者多种无机碱的混合物。优选碱金属的碱, 更优选的是碱金属的氢氧化物, 并且高度优选氢氧化钠和氢氧化钾作为无机碱。典型地, 无机碱水溶液含有大约 15 重量% 至大约 75 重量% 范围的无机碱, 优选所述无机碱的水溶液含有大约 25 重量% 至大约 55 重量% 范围的无机碱。

[0035] 术语 1,2- 环氧化物不表示该环必须在 1- 位和 2- 位包含碳原子; 而其意思是所述环氧化物 (环醚) 在环中具有 3 个原子, 而不是在环中具有 4 个原子。适当的 1,2- 环氧化物例子包括由最高达到大约 8 个碳原子构成的环氧烷和 / 或环烯基氧化物, 其包括: 环氧丙烷、环氧丁烷、环氧戊烷、环氧己烷、环氧庚烷、环氧辛烷、环戊烯基氧化物、环己烯基氧化物、甲基 -1,2- 环戊烯基氧化物等或它们的混合物。优选地, 所述 1,2- 环氧化物为环氧丁烷, 而不管是否所述环氧丁烷是 1,2- 环氧丁烷还是 2,3- 环氧丁烷或其两者的混合物。

[0036] 典型地, 将足够的 1,2- 环氧化物与纯化的 1- 溴丙烷产品进行混合以使在纯化的 1- 溴丙烷产品中 1,2- 环氧化物浓度达大约 10ppm(wt/wt) 至大约 1000ppm(wt/wt) 的范围, 优选达大约 100ppm(wt/wt) 至大约 600ppm(wt/wt) 的范围。更优选, 所述 1,2- 环氧化物的浓度在大约 250ppm(wt/wt) 至大约 600ppm(wt/wt) 的范围, 更加优选的是 1,2- 环氧化物在所述纯化的 1- 溴丙烷产品中的浓度在大约 250ppm(wt/wt) 至大约 500ppm(wt/wt) 的范围;

更加优选的是 1,2- 环氧化物在所述纯化的 1- 溴丙烷产品中的浓度在大约 400ppm(wt/wt) 至大约 500ppm(wt/wt) 的范围。

[0037] 在本发明中使用 1,2- 环氧化物是可以选择的,并且不是必要的。在长期保存和 / 或暴露于高温 (例如 :室外夏天的温度) 之后,在最终的 1- 溴丙烷产品中存在 1,2- 环氧化物可以证明是有用的,但是如果不存在这些情况的话,仅仅使用酚进行处理足以将最终的 1- 溴丙烷产品的酸性控制在期望的界限内。

[0038] 本发明优选的方法包括那些方法,其中以能够产生大约 250ppm 至大约 500ppm 的 1,2- 环氧化物浓度的量将 1,2- 环氧化物与纯化的 1- 溴丙烷产品进行混合,特别是其中所述 1,2- 环氧化物是环氧丁烷;优选地,所述酚是 4- 甲氧基苯酚、4- 叔丁基 -1,2- 二羟基苯、2,6- 二叔丁基苯酚、2,6- 二叔丁基 -4- 甲基苯酚或者这些酚的任意两种或者多种的组合。更优选地,所述方法还包括对纯化的 1- 溴丙烷产品进行干燥,直到所述纯化的 1- 溴丙烷产品的水含量低于大约 100ppm。

[0039] 本发明另外的优选方法包括那些方法,其中以每 1000 重量份 1- 溴丙烷产品混合物大约 1 重量份至大约 6 重量份的酚的比例将所述酚或者多种酚与 1- 溴丙烷产品混合物进行混合,并且其中以能够产生大约 250ppm 至大约 500ppm 的 1,2- 环氧化物浓度的量将 1,2- 环氧化物与纯化的 1- 溴丙烷产品进行混合,其中所述 1,2- 环氧化物是环氧丁烷;优选地,所述酚是 4- 甲氧基苯酚、4- 叔丁基 -1,2- 二羟基苯、2,6- 二叔丁基苯酚、2,6- 二叔丁基 -4- 甲基苯酚或者这些酚的任意两种或者多种的组合。更优选地,这些方法还包括对纯化的 1- 溴丙烷产品进行干燥,直到所述纯化的 1- 溴丙烷产品的水含量低于大约 100ppm。

[0040] 本发明的其他优选方法包括那些方法,其中以每 1000 重量份 1- 溴丙烷产品混合物大约 1 重量份至大约 6 重量份的酚的比例将所述酚或者多种酚与 1- 溴丙烷产品混合物进行混合,其中所述酚是 4- 甲氧基苯酚、4- 叔丁基 -1,2- 二羟基苯、2,6- 二叔丁基苯酚、2,6- 二叔丁基 -4- 甲基苯酚或者这些酚的任意两种或者多种的组合,并且其中以能够产生大约 250ppm 至大约 500ppm 的 1,2- 环氧化物浓度的量将 1,2- 环氧化物与纯化的 1- 溴丙烷产品进行混合。更优选地,这些方法还包括对纯化的 1- 溴丙烷产品进行干燥,直到所述纯化的 1- 溴丙烷产品的水含量低于大约 100ppm。

[0041] 在本发明特别优选的方法中,仅将水、至少一种无机碱的一种或者多种水溶液以及酚与 1- 溴丙烷产品混合物进行接触。优选地,只将水和至少一种无机碱的一种或者多种水溶液与纯化的 1- 溴丙烷产品进行接触。

[0042] 根据本发明,在将酚或者多种酚与 1- 溴丙烷产品混合物进行混合的过程中,形成了物质的新组合物,该组合物包含至少一种酚和 1- 溴丙烷产品混合物,其中酚以每 1000 重量份 1- 溴丙烷产品混合物至少大约 0.5 重量份的酚的比例存在;该组合物是含有酚的 1- 溴丙烷产品混合物。需要理解的是,该组合物包含酚和 1- 溴丙烷产品混合物,其中所述酚以所述酚在与 1- 溴丙烷产品混合物结合时可以转化成的形式。

[0043] 本发明包含至少一种酚和 1- 溴丙烷产品混合物的其他优选组合物,其包括其中酚以每 1000 重量份 1- 溴丙烷产品混合物大约 0.5 重量份至大约 10 重量份的酚的比例存在的组合物。本发明包含至少一种酚和 1- 溴丙烷产品混合物的更优选的组合物,其是其中酚以每 1000 重量份 1- 溴丙烷产品混合物大约 1 重量份至大约 6 重量份的酚的比例存在的组合物。本发明更加优选的包含至少一种酚和 1- 溴丙烷产品混合物的组合物,其是其中所

述酚或者多种酚是 4- 甲氧基苯酚、4- 叔丁基 -1,2- 二羟基苯、2,6- 二叔丁基苯酚、2,6- 二叔丁基 -4- 甲基苯酚或者这些酚的任意两种或者多种的组合物。在本发明特别优选的包含至少一种酚和 1- 溴丙烷产品混合物的组合物中,仅所述酚和 1- 溴丙烷产品混合物存在于所述组合物中。

[0044] 在本发明的方法中,将酚与 1- 溴丙烷产品混合物混合并接着去除所述的酚之后,产生了已经与至少一种酚接触过的纯化的 1- 溴丙烷产品。这种纯化的 1- 溴丙烷产品是一种是已经以每 1000 重量份 1- 溴丙烷产品混合物至少大约 0.5 重量份的酚的比例与至少一种酚进行接触,并且已经将所述酚去除的纯化的 1- 溴丙烷产品,是一种新的组合物。这种包含纯化的 1- 溴丙烷产品的组合物可以在本发明的方法中,在将酚或者多种酚与 1- 溴丙烷产品混合物进行混合以及后续从所述含有酚的 1- 溴丙烷产品混合物中分离所述酚之后形成。优选地,所述包含纯化的 1- 溴丙烷产品的组合物的水含量低于大约 100ppm;更优选,所述组合物的水含量低于大约 80ppm。

[0045] 本发明包含纯化的 1- 溴丙烷产品的优选组合物包括那些组合物,其中在所述组合物中 1,2- 环氧化物以大约 250ppm 至大约 500ppm 的浓度存在,并且其中所述 1,2- 环氧化物是环氧丁烷。更优选地,所述组合物的水含量低于大约 100ppm;更优选地,所述组合物的水含量低于大约 80ppm。在本发明特别优选的包含纯化的 1- 溴丙烷产品的组合物中,在所述组合物中仅存在所述纯化的 1- 溴丙烷产品和至少一种 1,2- 环氧化物;如果在所述组合物中不存在 1,2- 环氧化物,则优选在所述组合物中仅存在所述纯化的 1- 溴丙烷产品。

[0046] 除了纯化的 1- 溴丙烷产品外,尽管不是必要的,在含有所述纯化的 1- 溴丙烷产品中还可以存在一种或者多种其他的物质。这些添加剂包括 1,2- 环氧化物、硝基烷烃(例如硝基甲烷、硝基乙烷等)、N- 烷基吗啉、胺、二噁烷(dioxane)、二氧戊环和其他抑制的 1- 溴丙烷稳定剂。可选择地,在所述组合物中可以包含表面活性剂、燃料和其他的非稳定剂组分,只要这些组分对提高所述组合物的酸性没有实质上的贡献,特别是对在 60℃ 下 30 天后酸性超过 10ppm 没有实质上的贡献。

[0047] 为了说明的目的提供下面的实施例,但不是为了对本发明的范围造成限制。

[0048] 在下面的实施例中所使用的 60℃ 稳定性测试(有时也被称作酸性测试)是按照下列进行的:将需要测试的量为大约 160g 最终的 1- 溴丙烷产品置于 4 流体盎司(118mL)的 Boston Round 螺旋盖瓶中。使用 Teflon[®] 聚合物衬里(polymer-lined)的瓶盖,而不需要将空气从头部自由空间排出。将盖上盖子的瓶子在 60℃ 的炉子中保持 30 天,在第 10 天打开一次,以取出样品进行分析。接着,在测定酸性之前,将样品冷却到室温。对酸性的分析包括将 80 ~ 120g 冷却的测试样品与 30 ~ 50mL 超纯水摇匀,接着进行相分离,并使用 0.01N 的 NaOH 对水相进行滴定达到酚酞终点。这种酸性分析将表现出 HBr 以及羧酸例如丙酸的阳性结果。

[0049] 在下面的实施例中对最终的 1- 溴丙烷产品进行的气相色谱分析是在 Hewlett-Packard 5890 气相色谱仪上进行的,该色谱仪装配有分流注射器、火焰电离检测器和 30M×0.53mm×3 μm DB-624 的毛细管柱,其在 35℃ 下进行操作。将温度保持在 35℃ 下持续 8 分钟,接着以 10℃ / 分钟提高到 230℃,最终时间 3 分钟。柱头压是 4.5psig(1.32×10⁵Pa),He 的总流速是 75mL/ 分钟。使用 0.5 μL 净样品的注射体积。除了

以其他方式说明外,下面在实施例中所报道的 2- 溴丙烷、丙醇、丙醛和丙酸的量是通过气相色谱 (GC) 并基于 GC 面积百分比进行确定的。

[0050] 在下面的某些实施例中对最终的 1- 溴丙烷产品进行非挥发性残余测试。进行该测试的步骤如下:向已知重量的干燥的蒸发皿中加入 100mL 需要进行测试的样品。接着将该蒸发皿再次进行称重并置于热灯下直到样品已经挥发达到干燥。将该蒸发皿置于 105℃ 的烘箱中 1 个小时,并在干燥器中进行冷却,进行最后一次称重。通过最终的毛重与起始毛重的比例,计算以 ppm(wt/wt) 为单位的非挥发性残余物。

[0051] 在下面的实施例中,通过库仑卡尔 - 费休法 (coulometric Karl Fisher) 分析确定最终的 1- 溴丙烷产品中的水含量。

[0052] 比较实施例 A 表示一种用于从丙醇和 HBr 制备 1- 溴丙烷产品的典型方法,表 A 表示在该方法的最后以及在储存后,在所述 1- 溴丙烷产品混合物未与酚进行混合时,最终的 1- 溴丙烷产品中杂质的量。表 1(来自实施例 1) 表示与未接触酚的 1- 溴丙烷产品(第 3 轮,对比实施例)相比,包含酚(第 1 轮和第 2 轮)对最终的 1- 溴丙烷产品的有益效果。实施例 2 和实施例 3 表示本发明的方法。

[0053] 对比实施例 A

[0054] 从 1- 丙醇和 HBr 制备最终的 1- 溴丙烷产品,如下:

[0055] (1) 将 1- 丙醇 (9000L) 充入到 16000L 的反应器中。启动流向反应器的最大的 HBr 流速 ($200\text{m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$),而反应器中冷却和被搅拌的混合物的温度保持在 $< 45^\circ\text{C}$ 。在反应完成后,将所述混合物冷却到 30°C 。加入水 (300L),并搅拌该混合物。停止搅拌,使所述混合物进行沉淀。将所得到的有机相和水相进行分离;弃除水相。

[0056] (2) 在搅拌所述有机相 (1- 溴丙烷产品混合物) 的过程中,NaOH 水溶液 (48%, 500L) 和水 (100L) 被加入到有机相中。停止搅拌,水层和有机层得以分离,并弃除水层。

[0057] (3) 开始对有机层 (12500kg) 的蒸馏;所述蒸馏是在蒸馏套 (distillation jacket) 中使用 6bar 的蒸汽 (165°C) 进行的。使经过蒸馏的有机层流进搅拌的水中 (1000kg),直到蒸馏柱头的温度达到 80°C 。将 NaOH 水溶液 (23%) 加入到蒸馏物 (12000kg) 和水 (1000kg) 的混合物中,直到 pH 在 8 ~ 10 之间。对该混合物进行搅拌。一旦停止搅拌,则使该混合物进行沉淀。将所得到的有机相和水相进行分离;弃除水相。

[0058] (4) 将水加入到有机相中,并将该混合物进行搅拌。再次将 NaOH 水溶液 (23wt%) 加入到混合物中,直到所述 pH 在 8 ~ 10 之间。将该混合物进行搅拌。一旦停止搅拌,则使该混合物进行沉淀。将所得到的有机相和水相进行分离;弃除水相。

[0059] (5) 通过将其通过含有 CaCl_2 的柱子,干燥所述有机相,直到最终的水含量低于 80ppm。

[0060] 在制备之前和之后都没有加入酚或环氧丁烷。表 A 中总结了一开始以及在 60°C 下 10 天后和 30 天后 1- 溴丙烷产品的结果,所述结果以在最终的 1- 溴丙烷产品中所存在的量表示。

[0061] 表 A

[0062]

	在稳定性测试开始时所出现的量	在 60°C 下 10 天后所出现的量	在 60°C 下 30 天后所出现的量
1- 溴丙烷	99.92%	99.87%	99.85%
2- 溴丙烷	173ppm	260ppm	332ppm

丙醇	175ppm	116ppm	910ppm
酸性	5ppm	216ppm	150ppm
丙醛	10ppm	3ppm	2ppm
丙酸	< 1ppm	7ppm	8ppm

[0063] * 酸性是以 ppm HBr 记录的。

[0064] 实施例 1

[0065] 进行对比实施例 A 中所描述的制备,以形成最终的 1- 溴丙烷产品。在所述制备的过程中不加入 2,6- 二叔丁基 -4- 甲基苯酚 (BHT)。进行 3 轮测试以测试 1- 溴丙烷产品中稳定剂的效率。在第 1 轮和第 2 轮中,一定量的 BHT 被加入到已知量的 1- 溴丙烷产品中;在第 3 轮中,环氧丁烷 (在下面的表 1 中简写为 BOX) 被加入到已知量的 1- 溴丙烷产品中。对所有的三份样品进行所述的稳定性测试。在第 1 轮或第 2 轮中没有出现 1,2- 环氧化物;第 3 轮中没有加入任何酚,其是一种对比实施例。在表 1 中列出了每轮中加入到 1- 溴丙烷产品中的 BHT 或者环氧丁烷 (BOX) 的量。表 1 中总结了一开始以及在 60℃ 下 10 天后和 30 天后 1- 溴丙烷产品的结果,所述结果以在最终的 1- 溴丙烷产品中所存在的量表示。

[0066] 表 1

[0067]

第 1 轮 (1.242g BHT/kg1-溴丙烷)	在稳定性测试开始时所出现的量	在 60℃下 10 天后所出现的量	在 60℃下 30 天后所出现的量
1-溴丙烷	99.60%	99.60%	99.63%
2-溴丙烷	163ppm	162ppm	166ppm
丙醇	177ppm	176ppm	182ppm
酸性*	3ppm	6.2ppm	1.8ppm
丙醛	11ppm	11ppm	11ppm
丙酸	< 1ppm	< 1ppm	< 1ppm
BHT	1242ppm	1242ppm	1242ppm
第 2 轮 (2.436g BHT/kg1-溴丙烷)			
1-溴丙烷	99.27%	99.28%	99.33%
2-溴丙烷	161ppm	160ppm	160ppm
丙醇	175ppm	175ppm	183ppm
酸性*	4ppm	4.2ppm	2.4ppm
丙醛	11ppm	11ppm	11ppm
丙酸	< 1ppm	< 1ppm	< 1ppm
BHT	2436ppm	2436ppm	2436ppm
第 3 轮 (0.5244g BHT/kg1-溴丙烷)			
1-溴丙烷	99.88%	99.87%	99.87%
2-溴丙烷	161ppm	157ppm	159ppm
丙醇	175ppm	168ppm	163ppm
酸性*	5ppm	40ppm	60ppm
丙醛	11ppm	7ppm	10ppm
丙酸	< 1ppm	11ppm	25ppm

[0068] * 酸性是以 ppm HBr 记录的。

[0069] † 对比实施例

[0070] 正如可以从表 1 的结果中看出,与使用环氧丁烷处理的 1- 溴丙烷产品(表 1)或者没有使用稳定剂处理的 1- 溴丙烷产品(参见上面对比实施例中的表 A)相比,在对从酚处理的 1- 溴丙烷产品混合物获得的最终的 1- 溴丙烷产品的稳定性测试中,已经使用 BHT 处理的 1- 溴丙烷产品中,丙酸没有可测地增加,而且酸性也没有显著地提高。

[0071] 实施例 2

[0072] 进行对比实施例 A 中所描述的制备,以形成最终的 1- 溴丙烷产品;此外,在开始在第 (3) 步对有机相进行蒸馏之前,将 2,6- 二叔丁基 - 甲基苯酚 (BHT, 50kg) 加入到 1- 溴丙烷产品混合物中;通过 GC 可以看到,在蒸馏最后,一部分 BHT(大约 1000ppm)在纯化的 1- 溴丙烷产品中被带走。在步骤 (5) 的最后,将足够的环氧丁烷加入到纯化的 1- 溴丙烷产品中以达到大约 450 ~ 500ppm 的环氧丁烷浓度。通过 GC 对最终的 1- 溴丙烷产品中的 BHT 进行检测,其面积百分比代表存在大约 2ppmBHT。将最终的 1- 溴丙烷产品进行上述的酸性测试。在表 2 中总结了一开始以及在 60℃下 10 天、12 天、25 天和 31 天后 1- 溴丙烷产品的结果,所述结果以在最终的 1- 溴丙烷产品中所存在的量表示。还对最终的 1- 溴丙烷产品进行上述的非挥发性残余测试,发现非挥发性残余是 3ppm。

[0073] 表 2

[0074]

	在稳定性测试开始时所出现的量	在 60℃下 12 天后所出现的量	在 60℃下 25 天后所出现的量	在 60℃下 31 天后所出现的量
1- 溴丙烷	99.85%	99.86%	99.80%	99.80%
2- 溴丙烷	180ppm	180ppm	80ppm	180ppm
丙醇	100ppm	90ppm	90ppm	90ppm
酸性 *	2.9ppm	4.1ppm	2.8ppm	2.4ppm
丙醛	11ppm	10ppm	10ppm	10ppm
丙酸	< 1ppm	< 1ppm	< 1ppm	< 1ppm
BHT	2ppm	2ppm	2ppm	2ppm

[0075] * 酸性是以 ppm HBr 记录的。

[0076] 从表 2 中可以看出,在从酚处理的 1- 溴丙烷产品混合物中所获得的最终的 1- 溴丙烷产品中进行稳定性测试的过程中,丙醛和丙酸没有可测的增加,酸性也没有显著地提高。

[0077] 实施例 3

[0078] 进行实施例 2 中所描述的制备,包括加入环氧丁烷以形成最终的 1- 溴丙烷产品。所加入的 BHT 的量是每 1489g 1- 溴丙烷产品混合物 8g BHT;在蒸馏步骤之后,通过 GC 在 1- 溴丙烷中没有检测到 BHT,在 1- 溴丙烷产品混合物中也没有检测到任何新的化合物。表 3 中总结了一开始以及在 60℃下 10 天后和 30 天后 1- 溴丙烷产品的结果,所述结果以在最终的 1- 溴丙烷产品中所存在的量表示。还对最终的 1- 溴丙烷产品进行上述的非挥发性残余测试,非挥发性残余是 3ppm。

[0079] 表 3

[0080]

	在稳定性测试开始时所出现的量	在 60℃下 10 天后所出现的量	在 60℃下 30 天后所出现的量
1- 溴丙烷	99.93%	99.93%	99.92%
2- 溴丙烷	152ppm	152ppm	161ppm
丙醇	4ppm	4ppm	< 1ppm

酸性*	3ppm	4ppm	3.3ppm
丙醛	1ppm	2ppm	1ppm
丙酸	0	0	0
BHT	< 1ppm	< 1ppm	< 1ppm

[0081] * 酸性是以 ppm HBr 记录的。

[0082] 需要理解的是在本文件的所有地方通过化学名称或者化学式所引用的反应物和组分,无论是单数还是复数引用,都被定义为它们与其它用化学名称或者化学类型(例如,另一反应物、溶液等)所引用的化合物接触之前的形式存在。它与最初的化学变化、转化和/或反应无关,如果有的话,在最终的混合物或溶液或反应介质中发生,因为这些变化、转化和/或反应是根据这里所公开的内容的条件下将具体的反应物和/或组分聚在一起的自然结果。因此,这些反应物和组分被定义为与进行期望的化学操作或化学反应有关或者用于形成进行期望的操作或反应的混合物的成分。同样,尽管实施方式可以以现在时态引用物质、组分和/或成分(包括“is comprised of”,包含“comprises”,是“is”等),但是这种对物质、组分或成分的引用也会在其刚刚与一种或者多种本发明中所公开的物质、组分和/或成分进行接触、掺杂和混合之前出现。

[0083] 同样,尽管权利要求书以现在时态引用物质(例如包含“comprises”,是“is”等),但是这种对物质的引用也会在其刚刚与一种或者多种本发明中所公开的物质、组分和/或成分进行接触、掺杂和混合之前出现。

[0084] 除了以其他方式表示外,冠词“a”或“an”在这里如果使用的话,不是为了限制,也不应该被认为是限制对冠词所引用的单一成分进行的说明或要求的权利。更合适的是,冠词“a”或“an”在这里如果使用的话,是为了覆盖一种或者多种这样的成分,除非以其他方式描述。

[0085] 在本说明书中任何部分所引用的每一份专利或者其他出版物或者出版文件都被以其全部公开的内容加以引入作为参考。

[0086] 本发明在其实施过程中容易进行相当大的变化。