



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 113004182 B

(45) 授权公告日 2024.01.12

(21) 申请号 201911335514.1

CN 1880302 A, 2006.12.20

(22) 申请日 2019.12.21

Gaofeng Bian等.A one-pot preparation of isothiocyanates from amines using two phosgene substitutes: bis-

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 113004182 A

(trichloromethyl) carbonate and

(43) 申请公布日 2021.06.22

trichloromethyl chloroformates .A one-pot

(73) 专利权人 顺毅股份有限公司

地址 318000 浙江省台州市椒江区外沙路
97号

preparation of isothiocyanates from amines using two phosgene substitutes: bis- (trichloromethyl) carbonate and trichloromethyl chloroformates .2005, P585-586 .

(72) 发明人 陈兆利 金晓东 奚雨翔 包如胜
柯林刚 蒋富国

审查员 邹雯

(51) Int. Cl.

C07C 331/20 (2006.01)

(56) 对比文件

WO 2012129338 A1, 2012.09.27

CN 109369458 A, 2019.02.22

权利要求书1页 说明书7页

(54) 发明名称

减少三废排放。

一种三氟异硫氰乙烷的制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种三氟异硫氰乙烷的制备方法。所述制备方法包括以下步骤:步骤一、将三氟乙胺、三乙胺、溶剂三者混合,得到第一反应混合物;控制温度10-12℃,加入二硫化碳,5-20℃反应,得到含三氟乙胺基硫代甲酸盐的第二反应混合物;所述三氟乙胺与三乙胺的摩尔比为1:1.05-2;所述三氟乙胺与二硫化碳的摩尔比为1:1-1.2;所述三氟乙胺与溶剂的摩尔比为1:5-8;所述溶剂为甲苯、二甲苯或二氯甲烷;步骤二、将所述步骤一得到的第二反应混合物降温至5-10℃,加入固光,室温搅拌,升温至35-45℃反应,得三氟异硫氰乙烷混合物;随后降温,加水,精馏,得三氟异硫氰乙烷;所述方法采用固光作为催化剂,相比现有技术所得产物收率高且三废少;本发明采用甲苯/二氯甲烷作为溶剂,克服了四氢呋喃与水混溶,部分产物被带入水相,反应收率过低,溶剂难以回收的问题,所述溶剂蒸出后均可回收套用,回收率达88%以上,降低反应成本,

1. 一种三氟异硫氰乙烷的制备方法,其特征在于,所述制备方法包括以下步骤:

步骤一、将三氟乙胺、三乙胺、溶剂三者混合,得到第一反应混合物;控制温度 $10-12^{\circ}\text{C}$,加入二硫化碳, $5-15^{\circ}\text{C}$ 反应,得到含三氟乙胺基硫代甲酸盐的第二反应混合物;所述三氟乙胺与三乙胺的摩尔比为 $1:1.05-1.15$;所述三氟乙胺与二硫化碳的摩尔比为 $1:1-1.2$;所述三氟乙胺与溶剂的摩尔比为 $1:5-8$;所述溶剂为甲苯或二氯甲烷;

步骤二、将所述步骤一得到的第二反应混合物降温至 $5-10^{\circ}\text{C}$,加入固光,室温搅拌,升温至 $35-45^{\circ}\text{C}$ 反应,得三氟异硫氰乙烷混合物;随后降温,加水,精馏,得三氟异硫氰乙烷。

一种三氟异硫氰乙烷的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及有机合成技术领域,尤其涉及一种三氟异硫氰乙烷的制备方法。

技术背景

[0002] 三氟异硫氰乙烷是一类重要的有机合成中间体,广泛应用于农药、医药等有机合成产品的制备。现有技术中,三氟异硫氰乙烷的制备方法普遍存在收率低、成本高、三废多等问题,不适合工业化生产。因此研究收率高、成本低、绿色环保的制备路线是非常有意义的。

[0003] 现有技术中三氟异硫氰乙烷的制备路线主要有两种,第一种路线是利用三氟乙胺和硫光气反应。然而该反应的原料硫光气作为一种剧毒的挥发性物质,对环境危害大且价格昂贵,此路线不利于大规模的工业化生产。

[0004] 第二种路线(WO 2012129338 A1)是利用三氟乙胺和二硫化碳反应得到三氟乙胺基硫代甲酸盐,再经过对甲苯磺酰氯反应生成三氟异硫氰乙烷,溶剂为四氢呋喃。然而该反应路线虽避免了剧毒原料的使用,但实际收率较低,三废多,不适合工业化生产。

[0005] 综上,为解决现有技术中存在的成本高、收率低、三废多等问题,迫切需要开发一种低成本,高收率,环境友好,并可实现工业化生产的三氟异硫氰乙烷的制备方法,满足日益增长的工业化生产需求。

发明内容

[0006] 本发明的目的在于提供一种三氟异硫氰乙烷的制备路线,本发明路线产物收率高,成本低且三废低,适用于大规模的工业化生产。

[0007] 为解决上述技术问题,本发明提供的技术方案如下:

[0008] 一种三氟异硫氰乙烷的制备方法,其特征在于,所述制备方法包括以下步骤:

[0009] 步骤一、将三氟乙胺、三乙胺、溶剂三者混合,得到第一反应混合物;控制温度10-12℃,加入二硫化碳,5-20℃反应,得到含三氟乙胺基硫代甲酸盐的第二反应混合物;所述三氟乙胺与三乙胺的摩尔比为1:1.05-2;所述三氟乙胺与二硫化碳的摩尔比为1:1-1.2;所述三氟乙胺与溶剂的摩尔比为1:5-8;所述溶剂为甲苯、二甲苯或二氯甲烷;

[0010] 步骤二、将所述步骤一得到的第二反应混合物降温至5-10℃,加入固光,室温搅拌,升温至35-45℃反应,得三氟异硫氰乙烷混合物;随后降温,加水,精馏,得三氟异硫氰乙烷。

[0011] 优选地,所述溶剂为甲苯或二氯甲烷。

[0012] 优选的,所述反应中三氟乙胺与三乙胺的摩尔比为1:1.1-1.6。

[0013] 所述步骤一中反应温度优选为5-15℃。

[0014] 与现有技术相比,本发明的优点主要体现在:

[0015] 本发明采用两步法制备三氟异硫氰乙烷,反应收率高,工艺成本低,环境友好,适合工业化生产。特别是本发明采用固光作为催化剂,固光具有稳定性高,毒性低,安全性高

的特点。相比硫光气,反应成本低且环境危害小,操作更方便;相比WO 2012129338 A1中所采用的对甲苯磺酰氯,所得产物收率高且三废少。且通过升温、加水,即可除去过量催化剂,相比现有技术,减少了酸洗的步骤,简化工艺流程,降低三废排放。

[0016] 本发明采用甲苯/二氯甲烷作为溶剂,克服了四氢呋喃与水混溶,部分产物被带入水相,反应收率过低,溶剂难以回收的问题。相比四氢呋喃,本发明以甲苯为溶剂时,精馏纯度要求低,通过简单精馏即得产物的甲苯液,可直接用于下步反应,避免了脱除溶剂所需的大量能耗;以二氯甲烷为溶剂时,产物收率提高了20%左右。溶剂蒸出后均可回收套用,回收率达88%以上,降低反应成本,减少三废排放。

[0017] 以本发明的反应路线进行制备,反应收率大大提高,成本预算和三废排放量均降低三分之一。实验结果表明,本发明公开的路线制备三氟异硫氰乙烷的收率高于60%,可直接用于下步反应,扣除溶剂后纯度 $\geq 99.0\%$,显著优于现有工艺。

[0018] 下面结合具体实施例,进一步阐述本发明。应理解,这些实施例仅用于说明本发明而并不用于限制本发明的范围。

具体实施方式

[0019] 实施例1:向圆底瓶里投入40.0g三氟乙胺(0.404mol,1eq)、47.0g三乙胺(0.465mol,1.15eq)和130.0g甲苯(1.411mol),搅拌降温至10-12 $^{\circ}\text{C}$,缓慢滴加33.5g二硫化碳(0.440mol,1.09eq),滴毕,控温10 $^{\circ}\text{C}$ 反应10小时,得到三氟乙胺基硫代甲酸盐。再降温至5-10 $^{\circ}\text{C}$,缓慢滴加139.0g固光-甲苯混合液(含固光0.154mol,0.38eq;甲苯1.013mol),滴毕,室温下搅拌2小时,再升温至40-45 $^{\circ}\text{C}$ (作用为去除固光)反应3小时。取样检测合格(三氟乙胺含量 $\leq 0.5\%$)后,反应液降温至5-10 $^{\circ}\text{C}$,加水,搅拌,静置分层,有机相经水洗、干燥、精馏,可得三氟异硫氰乙烷甲苯液。直接用于下步反应。

[0020] 产物收率61.4%;纯度72.1%,扣除甲苯后纯度99.4%。

[0021] 实施例2:除三乙胺的用量替换为42.9g(1.05eq)外,其余同实施例1。

[0022] 产物收率60.7%;纯度71.7%,扣除甲苯后纯度99.4%。

[0023] 实施例3:除三乙胺用量替换为81.8g(2.0eq)外,其余同实施例1。

[0024] 产物收率59.4%,纯度70.6%,扣除甲苯后纯度99.2%。

[0025] 实施例4:除成盐反应温度替换为5 $^{\circ}\text{C}$ 外,其余同实施例1。

[0026] 产物收率61.6%,纯度71.4%,扣除甲苯后纯度99.3%。

[0027] 实施例5:除成盐反应温度替换为15 $^{\circ}\text{C}$ 外,其余同实施例1。

[0028] 产物收率60.5%,纯度70.2%,扣除甲苯后纯度99.3%。

[0029] 实施例6:除成盐反应温度替换为20 $^{\circ}\text{C}$ 外,其余同实施例1。

[0030] 产物收率58.6%,纯度69.2%,扣除甲苯后纯度99.0%。

[0031] 实施例7:除甲苯用量替换为186.1g(5eq)外,其余同实施例1。

[0032] 产物收率59.4%,纯度70.6%,扣除甲苯后纯度99.2%。

[0033] 实施例8:除甲苯用量替换为297.8g(8eq)外,其余同实施例1。

[0034] 产物收率59.9%,纯度71.1%,扣除甲苯后纯度99.3%。

[0035] 实施例9:除二硫化碳用量替换为30.7g(1.0eq)外,其余同实施例1。

[0036] 产物收率60.2%,纯度70.6%,扣除甲苯后纯度99.0%。

- [0037] 实施例10:除二硫化碳用量替换为36.9g(1.2eq)外,其余同实施例1。
- [0038] 产物收率59.8%,纯度69.5%,扣除甲苯后纯度99.2%。
- [0039] 实施例11:向圆底瓶里投入40.0g三氟乙胺(0.404mol,1eq)、47.0g三乙胺(0.465mol,1.15eq)和120.0g二氯甲烷(1.413mol),搅拌降温10-12℃,缓慢滴加33.5g二硫化碳(0.440mol,1.09eq),滴毕,控温10℃反应10小时,得到三氟乙胺基硫代甲酸盐。再降温至5-10℃,缓慢滴加131.6g固光-二氯甲烷混合液(含固光0.154mol,0.38eq;二氯甲烷1.011mol),滴毕,室温下搅拌2小时,再升温至35-39℃(二氯甲烷沸点39℃)反应3小时。取样检测合格(三氟乙胺含量 \leq 0.5%)后,反应液降温至5-10℃,加水,搅拌,静置分层,有机相经水洗、干燥、精馏,可得三氟异硫氰乙烷。
- [0040] 产物收率56.8%,纯度99.0%。
- [0041] 实施例12:除三乙胺用量替换为42.9g(1.05eq)外,其余同实施例11。
- [0042] 产物收率55.7%,纯度98.0%。
- [0043] 实施例13:除三乙胺用量替换为81.8g(2.0eq)外,其余同实施例11。
- [0044] 产物收率54.9%,纯度98.7%。
- [0045] 实施例14:除成盐反应温度替换为5℃外,其余同实施例11。
- [0046] 产物收率56.6%,纯度98.8%。
- [0047] 实施例15:除成盐反应温度替换为15℃外,其余同实施例11。
- [0048] 产物收率55.7%,纯度98.5%。
- [0049] 实施例16:除成盐反应温度替换为20℃外,其余同实施例11。
- [0050] 产物收率53.3%,纯度97.6%。
- [0051] 实施例17:除二氯甲烷用量替换为171.5g外,其余同实施例11。
- [0052] 产物收率54.7%,纯度98.4%。
- [0053] 实施例18:除二氯甲烷用量替换为274.5g外,其余同实施例11。
- [0054] 产物收率55.1%,纯度97.8%。
- [0055] 实施例19:除二硫化碳用量替换为30.7g(1.0eq)外,其余同实施例1。
- [0056] 产物收率55.4%,纯度98.3%。
- [0057] 实施例20:除二硫化碳用量替换为36.9g(1.2eq)外,其余同实施例1。
- [0058] 产物收率56.1%,纯度98.0%。
- [0059] 实施例21:除甲苯替换为等摩尔甲苯与二氯甲烷的混合液,且甲苯:二氯甲烷的质量比=2:1外,换算后甲苯的质量为144.8g,二氯甲烷的质量为72.4g,其余同实施例1。
- [0060] 产物收率60.9%,纯度84.1%。
- [0061] 实施例22:除甲苯替换为等摩尔甲苯与二氯甲烷的混合液,且甲苯:二氯甲烷的质量比=1:1外,换算后甲苯的质量为107.2g,二氯甲烷的质量为107.2g,其余同实施例1。
- [0062] 产物收率58.8%,纯度85.4%。
- [0063] 实施例23:除甲苯替换为等摩尔甲苯与二氯甲烷的混合液,且甲苯:二氯甲烷的质量比=3:1外,换算后甲苯的质量为164.1g,二氯甲烷的质量为54.7g,其余同实施例1。
- [0064] 产物收率59.5%,纯度83.6%。
- [0065] 对比例1:除三乙胺用量替换为40.9g(1.0eq)外,其余同实施例1。
- [0066] 产物收率50.2%,纯度69.2%。扣除甲苯后纯度99.2%。

- [0067] 对比例2:除三乙胺用量替换为85.8g(2.1eq)外,其余同实施例1。
- [0068] 产物收率48.7%,纯度68.1%。扣除甲苯后纯度99.0%。
- [0069] 对比例3:除成盐反应温度替换为0℃外,其余同实施例1。
- [0070] 产物收率49.4%,纯度70.1%。扣除甲苯后纯度99.3%。
- [0071] 对比例4:除成盐反应温度替换为30℃外,其余同实施例1。
- [0072] 产物收率48.2%,纯度69.7%。扣除甲苯后纯度99.1%。
- [0073] 对比例5:除甲苯用量替换为148.9g(4eq)外,其余同实施例1。
- [0074] 产物收率53.4%,纯度69.9%。扣除甲苯后纯度99.0%。
- [0075] 对比例6:除甲苯用量替换为335.0g(9eq)外,其余同实施例1。
- [0076] 产物收率54.5%,纯度70.2%。扣除甲苯后纯度99.2%。
- [0077] 对比例7:除二硫化碳用量替换为40.0g(1.3eq)外,其余同实施例1。
- [0078] 产物收率57.6%,纯度69.8%。扣除甲苯后纯度99.0%。
- [0079] 对比例8:除三乙胺用量替换为40.9g(1.0eq)外,其余同实施例11。
- [0080] 产物收率45.1%,纯度98.2%。
- [0081] 对比例9:除三乙胺用量替换为85.8g(2.1eq)外,其余同实施例11。
- [0082] 产物收率43.8%,纯度97.8%。
- [0083] 对比例10:除成盐反应温度替换为0℃外,其余同实施例11。
- [0084] 产物收率44.0%,纯度98.5%。
- [0085] 对比例11:除成盐反应温度替换为30℃外,其余同实施例11。
- [0086] 产物收率43.7%,纯度98.0%。
- [0087] 对比例12:除二氯甲烷用量替换为137.2g(4eq)外,其余同实施例11。
- [0088] 产物收率49.5%,纯度97.6%。
- [0089] 对比例13:除二氯甲烷用量替换为308.8g(9eq)外,其余同实施例11。
- [0090] 产物收率50.1%,纯度98.4%。
- [0091] 对比例14:除二硫化碳用量替换为40.0g(1.3eq)外,其余同实施例11。
- [0092] 产物收率54.0%,纯度97.9%。
- [0093] 对比例15:除溶剂二氯甲烷替换为等摩尔的四氢呋喃外,换算后为四氢呋喃的质量为164g,其余同实施例11。
- [0094] 产物收率42.8%,纯度98.4%。
- [0095] 对比例16:除甲苯替换为等摩尔甲苯与二氯甲烷的混合液,且甲苯:二氯甲烷的质量比=1:1.5外,换算后甲苯的质量为85.1g,二氯甲烷的质量为127.6g,其余同实施例1。
- [0096] 产物收率44.5%,纯度87.1%。扣除溶剂后纯度99.1%。
- [0097] 对比例17:除甲苯替换为等摩尔甲苯与二氯甲烷的混合液,且甲苯:二氯甲烷的质量比=3.5:1外,换算后甲苯的质量为170.5g,二氯甲烷的质量为48.7g,其余同实施例1。
- [0098] 产物收率43.1%,纯度81.5%。扣除溶剂后纯度99.0%。
- [0099] 对比例18:向100ml烧瓶里投入1.585ml三氟乙胺(2.00g,20.19mmol)与9.27ml三乙胺(6.74g,66.6mmol)加入25ml四氢呋喃,0℃氮气保护,加入1.214ml二硫化碳(1.54g,20.19mmol),再在0℃下搅拌1小时,室温搅拌1小时,加入对甲苯磺酰氯(4.33g,22.21mmol),室温下搅拌反应1小时,加入1M HCl淬灭反应,用乙酸乙酯萃取,有机层用饱和

盐水洗涤,无水硫酸镁干燥,脱溶得到三氟异硫氰乙烷。

[0100] 产物收率35.1%,纯度97.8%。

[0101] 对比例19:除对甲苯磺酰氯替换为6.59g固光(22.21mmol)外,其余同对比例18。

[0102] 产物收率40.5%,纯度98.2%。

[0103] 从实施例1-23,对比例1-19中可知,溶剂、催化剂、三乙胺用量、成盐反应温度与产物的收率均密切相关。

[0104] 当三乙胺的用量过少或过多时(对比例1、2,对比例8、9),均会影响反应收率。三乙胺用量过少时,反应收率降低约10%,反应速率减慢20%左右,反应时间延长了约二分之一,不利于工业化生产;三乙胺用量过多时,过量的三乙胺引起副反应过多,废盐增多,降低反应收率。

[0105] 溶剂用量的增减也会影响反应的收率(对比例5、6,对比例12、13)。当溶剂用量过少时,反应成盐引起反应液过于黏稠,不利于反应的进行;当溶剂用量过多后,反应速率过慢,效率低下,不利于工业化生产。

[0106] 我们发现,混合溶剂的使用可以提高结合单一溶剂的优点(实施例21-23),但随着二氯甲烷用量的增加,产物收率降低;随着甲苯用量的增加,产物纯度降低。

[0107] 当成盐反应温度过低或过高时(对比例3、4,对比例10、11),同样引起反应收率的变化。反应速率随着温度降低而减慢,当温度过低时,产物收率低且反应时间较长,考虑到工业化生产的经济性,不适合在低温下进行成盐反应;成盐反应温度过高时,生成的三氟乙胺基硫代甲酸盐易分解,降低反应收率。

[0108] 溶剂的种类也会对产物收率带来影响。对比例15中以四氢呋喃作为溶剂,产物收率低,且溶剂难以回收,反应成本过高。以甲苯(实施例1)、二氯甲烷(实施例11)为溶剂时,产物收率提高约25%,三氟异硫氰乙烷的甲苯液还可直接用于下步反应,降低成本,三废量少。

[0109] 以固光为催化剂时(对比例19),相较于对甲苯磺酰氯为催化剂(对比例18),产物收率提高且成本降低了约三分之一,有利于工业化生产。以固光为催化剂不仅能提高产物收率,而且简化了后处理过程,相较于对甲苯磺酰氯的加入需要盐酸淬灭,只需升温、加水,即可去除过量的固光,三废更低,对环境更友好。

[0110] 将实施例1-23和对比例1-19的对比情况汇总,结果如表1和表2所示。

[0111] 表1实施例1-23汇总

[0112]

实施例	催化剂	溶剂	三氟乙胺: 溶剂 (mol:mol)	三氟乙胺: 三乙胺 (mol:mol)	三氟乙胺: 二硫化碳 (mol:mol)	成盐反应 温度/℃	后处理	收率/%	纯度/%	扣除溶剂 纯度/%
实施例 1	固光	甲苯	1: 6	1: 1.15	1: 1.09	10	升温加水	61.40%	72.10%	99.5%
实施例 2	固光	甲苯	1: 6	1: 1.05	1: 1.09	10	升温加水	60.70%	71.70%	99.4%
实施例 3	固光	甲苯	1: 6	1: 2.00	1: 1.09	10	升温加水	59.40%	70.60%	99.2%
实施例 4	固光	甲苯	1: 6	1: 1.15	1: 1.09	5	升温加水	61.20%	71.40%	99.3%
实施例 5	固光	甲苯	1: 6	1: 1.15	1: 1.09	15	升温加水	60.50%	70.20%	99.3%
实施例 6	固光	甲苯	1: 6	1: 1.15	1: 1.09	20	升温加水	58.60%	69.20%	99.0%
实施例 7	固光	甲苯	1: 5	1: 1.15	1: 1.09	10	升温加水	59.40%	70.60%	99.2%
实施例 8	固光	甲苯	1: 8	1: 1.15	1: 1.09	10	升温加水	59.90%	71.10%	99.3%
实施例 9	固光	甲苯	1: 6	1: 1.15	1: 1.00	10	升温加水	60.20%	70.60%	99.0%
实施例 10	固光	甲苯	1: 6	1: 1.15	1: 1.20	10	升温加水	59.80%	69.50%	99.2%
实施例 11	固光	二氯甲烷	1: 6	1: 1.15	1: 1.09	10	升温加水	56.80%	99.00%	/
实施例 12	固光	二氯甲烷	1: 6	1: 1.05	1: 1.09	10	升温加水	55.70%	98.30%	/
实施例 13	固光	二氯甲烷	1: 6	1: 2.00	1: 1.09	10	升温加水	54.90%	97.90%	/
实施例 14	固光	二氯甲烷	1: 6	1: 1.15	1: 1.09	5	升温加水	56.60%	98.80%	/
实施例 15	固光	二氯甲烷	1: 6	1: 1.15	1: 1.09	15	升温加水	55.70%	98.50%	/
实施例 16	固光	二氯甲烷	1: 6	1: 1.15	1: 1.09	20	升温加水	53.30%	97.60%	/
实施例 17	固光	二氯甲烷	1: 5	1: 1.15	1: 1.09	10	升温加水	54.70%	98.40%	/
实施例 18	固光	二氯甲烷	1: 8	1: 1.15	1: 1.09	10	升温加水	55.10%	97.80%	/
实施例 19	固光	二氯甲烷	1: 6	1: 1.15	1: 1.00	10	升温加水	55.40%	98.30%	/
实施例 20	固光	二氯甲烷	1: 6	1: 1.15	1: 1.2	10	升温加水	56.10%	98.00%	/
实施例 21	固光	甲苯: 二氯 甲烷=2:1 (质量比)	1: 6	1: 1.15	1: 1.09	10	升温加水	60.90%	84.10%	99.3%
实施例 22	固光	甲苯: 二氯 甲烷=1:1 (质量比)	1: 6	1: 1.15	1: 1.09	10	升温加水	58.80%	85.40%	99.0%
实施例 23	固光	甲苯: 二氯 甲烷=3:1 (质量比)	1: 6	1: 1.15	1: 1.09	10	升温加水	59.50%	83.60%	99.1%

[0113]

表2对比例1-19汇总

[0114]

对比例	催化剂	溶剂	三氟乙胺: 溶剂 /(mol:mol)	三氟乙胺: 三乙胺 /(mol:mol)	三氟乙胺: 二硫化碳 /(mol:mol)	成盐反应 温度/°C	后处理	收率/%	纯度/%	扣除溶剂 纯度/%
对比例 1	固光	甲苯	1: 6	1: 1.00	1: 1.09	10	升温加水	50.20%	69.20%	99.2%
对比例 2	固光	甲苯	1: 6	1: 2.10	1: 1.09	10	升温加水	48.70%	68.10%	99.0%
对比例 3	固光	甲苯	1: 6	1: 1.15	1: 1.09	0	升温加水	49.40%	70.10%	99.3%
对比例 4	固光	甲苯	1: 6	1: 1.15	1: 1.09	30	升温加水	48.20%	69.70%	99.1%
对比例 5	固光	甲苯	1: 4	1: 1.15	1: 1.09	10	升温加水	53.40%	69.60%	99.0%
对比例 6	固光	甲苯	1: 9	1: 1.15	1: 1.09	10	升温加水	54.50%	70.20%	99.2%
对比例 7	固光	甲苯	1: 6	1: 1.15	1: 1.30	10	升温加水	57.60%	69.80%	99.0%
对比例 8	固光	二氯甲烷	1: 6	1: 1.00	1: 1.09	10	升温加水	45.10%	98.20%	/
对比例 9	固光	二氯甲烷	1: 6	1: 2.10	1: 1.09	10	升温加水	43.80%	97.80%	/
对比例 10	固光	二氯甲烷	1: 6	1: 1.15	1: 1.09	0	升温加水	44.00%	98.50%	/
对比例 11	固光	二氯甲烷	1: 6	1: 1.15	1: 1.09	30	升温加水	43.70%	98.00%	/
对比例 12	固光	二氯甲烷	1: 4	1: 1.15	1: 1.09	10	升温加水	49.50%	97.60%	/
对比例 13	固光	二氯甲烷	1: 9	1: 1.15	1: 1.09	10	升温加水	50.10%	98.40%	/
对比例 14	固光	二氯甲烷	1: 6	1: 1.15	1: 1.30	10	升温加水	54.00%	97.90%	/
对比例 15	固光	四氢呋喃	/	1: 1.15	1: 1.09	10	升温加水	42.80%	98.40%	/
对比例 16	固光	甲苯: 二氯 甲烷=1: 1.5 (质量比)	/	1: 1.15	1: 1.09	10	升温加水	44.50%	87.10%	99.1%
对比例 17	固光	甲苯: 二氯 甲烷=3.5: 1 (质量比)	/	1: 1.15	1: 1.09	10	升温加水	43.10%	81.50%	99.0%
对比例 18	对甲苯 磺酰氯	四氢呋喃	/	1: 3.30	1: 1.09	0	酸洗	35.10%	97.80%	/
对比例 19	固光	四氢呋喃	/	1: 3.30	1: 1.09	0	酸性	40.50%	98.20%	/

[0115] 本发明的一种三氟异硫氰乙烷的制备方法已经通过具体的实例进行了描述,本领域技术人员可借鉴本发明内容,适当改变原料、工艺条件等环节来实现相应的其它目的,其相关改变都没有脱离本发明的内容,所有类似的替换和改动对于本领域技术人员来说是显而易见的,都被视为包括在本发明的范围之内。