

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ

(43) Дата публикации заявки
2023.04.12

(51) Int. Cl. *B01D 11/04* (2006.01)
B01J 14/00 (2006.01)

(22) Дата подачи заявки
2021.07.09

(54) РАСТВОР ДЛЯ ОСУШЕНИЯ РАСТВОРИТЕЛЕЙ И СВЯЗАННЫЕ С НИМ СПОСОБЫ

(31) 63/050,546; 63/084,856

(32) 2020.07.10; 2020.09.29

(33) US

(86) PCT/NZ2021/050106

(87) WO 2022/010367 2022.01.13

(71) Заявитель:

**АКУАФОРТУС ТЕЧНОЛОГИЕС
ЛИМИТЕД (NZ)**

(72) Изобретатель:

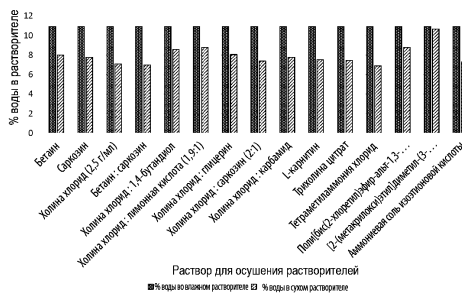
**Пракаш Чаитра, Тан Хаймин, Маддох
Кристал (NZ)**

(74) Представитель:

Суюндуков М.Ж. (KZ)

(57) Изобретение относится к раствору для осушения растворителей и способам, связанным с ним. Более конкретно, настоящее изобретение относится к раствору для осушения растворителей, при применении которого из смеси растворителей выделяется вода. Настоящее изобретение также относится к способу восстановления раствора для осушения растворителей, более конкретно к способу восстановления раствора для осушения растворителей, который используется в осмотическом процессе.

Способность к осушению разных растворов для осушения растворителей на основании % воды во влажном растворителе MeTHF-1-бутанол до и после введения раствора для осушения растворителей



A1

202293429

202293429

A1

РАСТВОР ДЛЯ ОСУШЕНИЯ РАСТВОРИТЕЛЕЙ И СВЯЗАННЫЕ С НИМ СПОСОБЫ

ОБЛАСТЬ ТЕХНИКИ

[0001] Настоящее изобретение относится к раствору для осушения растворителей и способам, связанным с ним. Более конкретно настоящее изобретение относится к раствору для осушения растворителей, при применении которого из смеси растворителей выделяется вода. Настоящее изобретение также относится к способу восстановления раствора для осушения растворителей, более конкретно к способу восстановления раствора для осушения растворителей, который используется в осмотическом процессе.

УРОВЕНЬ ТЕХНИКИ

[0002] Солевой раствор для восстановления растворителя был разработан заявителем и раскрыт в предыдущей заявке США № 63/050402, поданной 10 июля 2020 года, полное содержание которой включено в этот документ путем ссылки.

[0003] Экстракция воды или высушивание воды из смесей растворителей обычно является энергозатратной и трудоемкой задачей.

[0004] Jessop et. al. в US 2014/0076810 описал обратную воду или водный раствор и его применение. Обратная вода или водный раствор образуется путем добавления способной к ионизации добавки, содержащей способную к ионизации функциональную группу, имеющую по меньшей мере один атом азота. Добавка далее описывается как моноамин, диамин, триамин, тетрамин или полиамин, такой как полимер или биополимер. Обратная вода или водный раствор способны обратно переходить между начальной ионной силой и повышенной ионной силой с помощью триггера, например барботирования CO_2 , CS_2 или COS или обработки кислотой Бренстеда, такой как муравьиная кислота, соляная кислота, серная кислота или угольная кислота. Чтобы обеспечить такую обратимость, ионная форма добавки должна быть способна к депротонированию посредством действия ионизирующего триггера. Это обязательно требует обратного взаимодействия между ионной формой триггера и добавкой, как изображено на Фигуре 1 в Jessop. Обратимость воды или водного раствора позволяет контролировать растворимость или нерастворимость различных гидрофобных жидкостей или растворителей в воде или водном растворе. Это обеспечивает средства отделения умеренно гидрофобных растворителей от подходящей для перехода воды. Однако одна из сложностей в работе Jessop состоит в том, что трудно отделить CO_2 от амина для

получения оборотной воды. Следовые количества CO_2 и амина могут оставаться растворенными в вытягивающем растворе, а нагревание, десорбция и кинетика восстановления проходят медленно, энергоемко от часов до минут.

[0005] Целью настоящего изобретения является создание раствора для осушения растворителей, преодолевающего эти сложности, или по меньшей мере обеспечивающего полезную альтернативу.

СУЩНОСТЬ ИЗОБРЕТЕНИЯ

[0006] В первом аспекте настоящего изобретения предложен раствор для осушения растворителей, содержащий:

- a) по меньшей мере один C_1 - C_7 -алкиламин или соединение, содержащее четвертичный аммоний; или
- b) по меньшей мере одно соединение, содержащее карбоновую кислоту, или алкилсульфоновую кислоту; или
- c) по меньшей мере один неразветвленный или разветвленный C_3 - C_9 -алкил, замещенный -ОН; или
- d) комбинацию от a) до c),

в растворителе, содержащем воду и содержащем по меньшей мере два или более компонентов, независимо выбранных из любой комбинации целых чисел 1), 2), 3) и 4), при этом

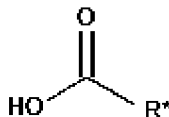
- 1) представляет собой соединение, содержащее линейный, разветвленный или необязательно замещенный циклический простой C_4 - C_9 -эфир;
- 2) представляет собой линейный или разветвленный C_3 - C_9 -алкил, замещенный -ОН;
- 3) представляет собой неразветвленный, разветвленный или циклический C_4 - C_9 -кетон или C_4 - C_9 -дикетон; и
- 4) представляет собой соединение, содержащее неразветвленный или разветвленный сложный C_3 - C_9 -эфир;

при этом по меньшей мере один компонент растворителя, содержащего воду, по существу не смешивается с водным раствором 1 молярного хлорида натрия при 20 градусах Цельсия или выше и при 1 атмосфере.

[0007] В одном варианте реализации растворитель, содержащий воду, содержит соединение, содержащее амин, как заменитель одного из целых чисел 1), 2), 3) и 4).

[0008] В одном варианте реализации соединение, содержащее карбоновую кислоту, выбрано из одного или более из следующего:

а) соединение Формулы I,



Формула I

где R* выбран из -C₁-C₇-алкил-ОН, -C₁-C₇-алкила, -C₁-C₇-алкил-NH₂, -C₁-C₇-алкил-NHR₃ и -C₁-C₇-алкил-NR₃R₄, где каждый R₃ и R₄ выбраны из -H, -ОН, -галогена, -C₁-C₇-алкила, -C₁-C₇-алкил-ОН, -C(O)ОН, -C(O)-H или -C(O)-(C₁-C₇-алкил); и

б) полимер, содержащий одну или более групп карбоновой кислоты.

[0009] В одном варианте реализации алкилсульфоновая кислота представляет собой изотионовую кислоту.

[0010] В одном варианте реализации раствор для осушения растворителей содержит по меньшей мере один C₁-C₇-алкиламин или соединение, содержащее четвертичный аммоний.

[0011] В одном варианте реализации по меньшей мере один C₁-C₇-алкиламин или соединение, содержащее четвертичный аммоний, раствора для осушения растворителя выбрано из одного или более из бетаина, карнитина, карбамида и холина. В одном варианте реализации каждый из бетаина, карнитина, карбамида и холина может необязательно содержать противоион или цвиттер-ион. В одном варианте реализации противоион может быть выбран, без ограничения, из карбоновой кислоты, а именно цитрата, гликолата или хлорида. В одном варианте реализации цветион может быть выбран из триметилглицина (также известного как бетаин), L-карнитина или [2(метакрилоксил)этил]диметил-(3-сульфопропил)аммония гидроксида.

[0012] В одном варианте реализации раствор для осушения растворителей содержит по меньшей мере один неразветвленный или разветвленный C₃-C₉-алкил, замещенный -ОН.

[0013] В одном варианте реализации по меньшей мере один неразветвленный или разветвленный C_3 - C_9 -алкил, замещенный -ОН, раствора для осушения растворителей содержит по меньшей мере два заместителя -ОН.

[0014] В одном варианте реализации по меньшей мере один неразветвленный или разветвленный C_3 - C_9 -алкил, замещенный -ОН, раствора для осушения растворителей выбирают из 1,4-бутандиола, глицерина или их комбинации.

[0015] В одном варианте реализации раствор для осушения растворителей содержит по меньшей мере одно соединение, содержащее карбоновую кислоту.

[0016] В одном варианте реализации раствор для осушения растворителей содержит бетаин.

[0017] В одном варианте реализации раствор для осушения растворителей содержит саркозин.

[0018] В одном варианте реализации раствор для осушения растворителей содержит холина хлорид.

[0019] В одном варианте реализации раствор для осушения растворителей содержит комбинацию бетаина и саркозина. В одном варианте реализации молярное отношение бетаина к саркозину составляет около 2:1.

[0020] В одном варианте реализации раствор для осушения растворителей содержит комбинацию холина хлорид и 1,4-бутандиола. В одном варианте реализации молярное отношение холина хлорида к 1,4-бутандиолу составляет около 1:2.

[0021] В одном варианте реализации раствор для осушения растворителей содержит комбинацию холина хлорид и глицерина. В одном варианте реализации молярное отношение холина хлорида к глицерину составляет около 1:2.

[0022] В одном варианте реализации раствор для осушения растворителей содержит комбинацию холина хлорид и саркозина. В одном варианте реализации молярное отношение холина хлорида к саркозину составляет около 1:2.

[0023] В одном варианте реализации раствор для осушения растворителей содержит комбинацию холина хлорид и карбамида. В одном варианте реализации молярное отношение холина хлорида к карбамиду составляет около 1:2.

[0024] В одном варианте реализации соединение, содержащее простой C₄-C₉-эфир, выбрано из одного или более из 2-метилтетрагидрофурана, 3-метилтетрагидрофурана, 2-этилтетрагидрофурана, 3-этилтетрагидрофурана, диоксана, 1-этоксипропана и гликолевого C₄-C₉-эфира или их комбинаций.

[0025] В одном варианте реализации неразветвленный или разветвленный C₃-C₉-алкил, замещенный -ОН, выбран из одного или более из 1-бутанола, 2-бутанола и 1-пентанола или их комбинаций.

[0026] В одном варианте реализации простой гликолевый C₄-C₉-эфир выбран из одного или более из метилового эфира пропиленгликоля, метилэтилацетата дипропиленгликоля, н-пропилового эфира дипропиленгликоля, н-бутилового эфира пропиленгликоля, н-бутилового эфира дипропиленгликоля, н-бутилового эфира трипропиленгликоля, фенилового эфира пропиленгликоля, диацетата пропиленгликоля или их комбинаций.

[0027] В одном варианте реализации C₄-C₉-кетон или дикетон выбраны из одного или более из ацетонилацетона или 2-бутанона.

[0028] В одном варианте реализации сложный C₃-C₉-эфир представляет собой метилацетат или этилацетат.

[0029] В одном варианте реализации соединение, содержащее амин, представляет собой соединение, содержащее вторичный или третичный амин, или их комбинацию.

[0030] В одном варианте реализации соединение, содержащее амин, представляет собой триэтиламин.

[0031] В одном варианте реализации растворитель представляет собой комбинацию 2-метилтетрагидрофурана и ацетонилацетона.

[0032] В одном варианте реализации растворитель представляет собой комбинацию 2-метилтетрагидрофурана и 1-бутанола.

[0033] В одном варианте реализации растворитель представляет собой комбинацию 2-метилтетрагидрофурана и 1-пентанола.

[0034] В одном варианте реализации растворитель представляет собой комбинацию этилацетата и 2-бутанона.

[0035] В одном варианте реализации растворитель представляет собой комбинацию этилацетата и 2-метилтетрагидрофурана.

[0036] В одном варианте реализации растворитель представляет собой комбинацию этилацетата и 1-бутанола.

[0037] В одном варианте реализации растворитель представляет собой комбинацию этилацетата и ацетонилацетона.

[0038] В одном варианте реализации растворитель представляет собой комбинацию этилацетата и 2-бутанона.

[0039] В одном варианте реализации растворитель представляет собой комбинацию триэтиламина и 2-бутанона.

[0040] Во втором аспекте настоящего изобретения предложен способ выделения воды из раствора для осушения растворителей, который включает этапы приведения в контакт растворителя, содержащего воду, как определено выше, с:

- а) по меньшей мере одним C_1 - C_7 -алкиламином или соединением, содержащим четвертичный аммоний, и
- б) по меньшей мере одним соединением, содержащим карбоновую кислоту, или алкилсульфоновой кислотой; или
- с) по меньшей мере одним неразветвленным или разветвленным C_3 - C_9 -алкилом, замещенным -ОН; или
- д) комбинацией от а) к с),

при этом при контакте вода высвобождается из растворителя, содержащего воду, и высвобожденная вода образует водный слой со слоем несмешиваемого растворителя, обедненного водой.

[0041] В одном варианте реализации способ включается в противоточный процесс.

[0042] В одном варианте реализации способ включает этап отделения выделенной воды от слоя несмешиваемого растворителя, обедненного водой.

[0043] В одном варианте реализации способ включает этап восстановления растворителя.

[0044] В одном варианте реализации восстановленный раствор для осушения растворителей возвращают для использования в дальнейшем процессе осушения

растворителей. В предпочтительном варианте реализации способ восстановления раствора для осушения растворителей является непрерывным процессом восстановления.

[0045] В одном варианте реализации этап восстановления раствора для осушения растворителей осуществляется с помощью одной или более из следующих методик: мембранная дистилляция, испарение через полупроницаемую мембрану, осмос, управляемые давлением мембранные процессы, управляемые осмосом мембранные процессы, управляемые давлением мембранные процессы с помощью осмоса, управляемые осмосом мембранные процессы с помощью давления, фильтрация, механическое повторное сжатие пара, процессы на основании испарения, реагенты, специфические для воды, или методы кристаллизации и т.п.

[0046] В одном варианте реализации этап восстановления раствора для осушения растворителей осуществляется с помощью методики осмоса с помощью давления.

[0047] Вышеприведенная краткая сущность широко описывает особенности и технические преимущества определенных вариантов реализации настоящего изобретения. Дальнейшие технические преимущества будут описаны в подробном описании изобретения и примерах, приведенных ниже.

[0048] Новые признаки, которые считаются характерными для изобретения, будут лучше понятны из подробного описания изобретения, если рассматривать его в связи с любыми сопроводительными фигурами и примерами. Однако фигуры и примеры, представленные в настоящем документе, предназначены для иллюстрации изобретения или содействия пониманию изобретения и не предназначены для ограничения объема изобретения.

КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ ГРАФИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

[0049] На Фиг. 1 изображена способность к осушению различных растворов для осушения растворителей на основании % воды во влажном растворителе MeTHF и 1-бутанола до и после введения раствора для осушения растворителей.

[0050] На Фиг. 2 изображена способность к осушению различных растворов для осушения растворителей на основании % воды во влажном растворителе этилацетата и 2-бутанона до и после введения раствора для осушения растворителей.

[0051] На Фиг. 3 изображена способность к осушению различных растворов для осушения растворителей на основании % воды во влажном растворителе этилацетата и 1-бутанола до и после введения раствора для осушения растворителей.

[0052] На Фиг. 4 изображена технологическая схема непрерывной технологической системы для восстановления раствора для осушения растворителей.

[0053] На Фиг. 5 изображена технологическая схема многоэтапного способа восстановления раствора для осушения растворителей.

[0054] На Фиг. 6 схематически изображен трехэтапный противоточный процесс регенерации.

[0055] На Фиг. 7 изображены результаты трехэтапного противоточного процесса регенерации с использованием бетаина и саркозина для высушивания смеси растворителей этилацетата и 2-бутанола.

[0056] На Фиг. 8 изображены результаты трехэтапного противоточного процесса регенерации с использованием холина хлорида для высушивания смеси растворителей этилацетата и 2-бутанола.

[0057] На Фиг. 9 изображены результаты трехэтапного противоточного процесса регенерации с использованием бетаина и саркозина для высушивания смеси растворителей триэтиламина и 2-бутанола.

[0058] На Фиг. 10 изображены результаты трехэтапного противоточного процесса регенерации с использованием холина хлорида для высушивания смеси растворителей триэтиламина и 2-бутанола.

ПОДРОБНОЕ ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

[0059] Следующее описание устанавливает многочисленные типовые варианты выполнения, параметры и т.п. Однако следует признать, что такое описание не предназначено как ограничение объема настоящего изобретения, а вместо этого предоставляется как описание типовых вариантов реализации.

ОПРЕДЕЛЕНИЯ

[0060] В каждом случае в настоящем документе - в описаниях, вариантах реализации и примерах - термины «содержащий», «включающий» и т.п. следует толковать

расширенно, без ограничений. То есть, если контекст четко не требует иного, во всем описании и формуле изобретения слова «содержать», «содержащий» и т.п. следует толковать во всеобъемлющем смысле в противоположность исключительному значению, то есть в значении «включая, но не ограничиваясь ими».

[0061] Термин «около» или «приблизительно» обычно означает в пределах 20 %, более предпочтительно в пределах 10 %, и наиболее предпочтительно в пределах 5 % от данного значения или диапазона. В альтернативном варианте термин «около» означает в пределах $\log$ (т.е. порядка величины), предпочтительно в пределах двух порядков от данного значения.

[0062] Используемый в настоящем документе термин «по меньшей мере один C_1 - C_7 -алкиламин или соединение, содержащее четвертичный аммоний» означает любое соединение, содержащее группу $-NH_3$, $-NHR^3$ или $-NR^3R^4$, где каждый R^3 и R^4 выбран из C_1 - C_7 -алкила, как определено ниже, или соединение, содержащее $-NH_4^+$ или $-N(R)_4^+$, где каждый R независимо выбран из H , C_1 - C_3 -алкила, как определено ниже, например бетаин, карнитин, холин, причем каждый необязательно с противоионом, например карнитина хлорид, холина хлорид, холина иодид, холина бромид, трихолина цитрат, тетраэтиламония хлорид, тетраметиламмония хлорид, ацетилхолина хлорид, (4-винилбензил)триметиламония хлорид, или соединение, содержащее четвертичный аммоний, например [2(метакрилоксил)этил]диметил-(3-сульфопропил)аммония гидроксид, при условии, что бикарбонат аммония исключен.

[0063] Используемый в настоящем документе термин «алкилсульфоновая кислота» включает любое соединение, имеющее функциональную группу $R-S(O)_2OH$, или его соль, где R представляет собой C_1 - C_7 -алкил, где C_1 - C_7 -алкил является таким, как определено ниже.

[0064] Используемый в настоящем документе термин « C_1 - C_3 -алкил» относится к полностью насыщенному углеводородному фрагменту. Типичные примеры C_1 - C_3 -алкила включают, но не ограничиваются ими, метил, этил, *n*-пропил и *изо*-пропил.

[0065] Используемый в настоящем документе термин « C_1 - C_7 -алкил» относится к полностью насыщенному разветвленному или неразветвленному углеводородному фрагменту, который может представлять собой неразветвленную или разветвленную цепь определенного диапазона из 1-7 атомов углерода. Предпочтительно алкил содержит от 1 до 7 атомов углерода или от 1 до 4 атомов углерода. Типичные примеры C_1 - C_7 -алкила

включают, но не ограничиваются ими, метил, этил, *н*-пропил, *изо*-пропил, *н*-бутил, *втор*-бутил, *изо*-бутил, *трет*-бутил, *н*-пентил, *изо*-пентил, неопентил, *н*-гексил, 3-метилгексил, 2,2- диметилпентил, 2,3-диметилпентил, *н*-гептил и т.п. Например, выражение C₁-C₄-алкил включает, но не ограничивается ими, метил, этил, пропил, бутил, *изо*-пропил, *трет*-бутил и *изо*-бутил. В одном варианте реализации C₁-C₇-алкильная группа может быть замещена одной или более из следующих групп: -галоген, -ОН, -CN, -NO₂, -C≡CH, -SH, -C₁-C₇-алкил, -(C₁-C₇-алкил)-ОН, -NH₂, -NH(C₁-C₇-алкил), -N(C₁-C₇-алкил)₂, -O-(C₁-C₇-алкил), -C(O)-O-(C₁-C₇-алкил), -C(O)ОН; -C(O)-Н или -C(O)-(C₁-C₇-алкил).

[0066] Используемый в настоящем документе термин «галоген» относится к -F, -Cl, -Br или -I.

[0067] Используемый в настоящем документе термин «C₃-C₉-алкил» относится к полностью насыщенному разветвленному или неразветвленному углеводородному фрагменту, который может представлять собой неразветвленную или разветвленную цепь определенного диапазона из 3-9 атомов углерода. Предпочтительно алкил содержит от 3 до 7 атомов углерода или от 3 до 6 атомов углерода. Типичные примеры C₃-C₉-алкила включают, но не ограничиваются ими, *н*-пропил, *изо*-пропил, *н*-бутил, *втор*-бутил, *изо*-бутил, *трет*-бутил, *н*-пентил, *изо*-пентил, неопентил, *н*-гексил, 3-метилгексил, 2,2-диметилпентил, 2,3-диметилпентил, *н*-гептил и т.п.

[0068] Используемый в настоящем документе термин «соединение, содержащее простой C₄-C₉-эфир» означает 4-, 5-, 6-, 7-, 8- или 9-членный насыщенный, неразветвленный, разветвленный или циклический простой эфир. Типичные неразветвленные C₄-C₉-эфирные группы включают, но не ограничиваются ими, метоксиэтан, 1-метоксипропан, 1-метоксибутан, 1-метоксипентан, 1-метоксигексан, 1-метоксигептан и 1-метоксиоктан, этоксиэтан, 1-этоксипропан, 1-этоксибутан, 1-этоксипентан, 1-этоксигексан, 1-этоксигептан, 1-пропоксипропан, 1-пропоксибутан, 1-пропоксипентан, 1-пропоксигексан, 1-бутоксибутан, 1-бутоксипентан. Типичные разветвленные C₄-C₉-эфирные группы включают, но не ограничиваются ими: 2-метоксипропан, 2-этоксипропан, 1-изопропоксипропан, 1-изопропоксибутан, 1-изопропоксипентан, 1-изопропоксигексан, 2-метокси-2-метилпропан, 2-этокси-2-метилпропан, 2-метил-2-пропоксипропан, 1-(*трет*-бутокс)бутан, 1-(*трет*-бутокс)пентан, 2-(*трет*-бутокс)-2-метилпропан, 2-изопропокси-2-метилпропан, 2-(*трет*-бутокс)бутан, 1-(*трет*-бутокс)-2,2-диметилпропан. Типичные группы циклических C₄-C₉-эфиров включают, но не ограничиваются ими: оксетан, тетрагидрофуран, 2-

метилтетрагидрофуран, 3-метилтетрагидрофуран, 2-этилтетрагидрофуран, 3-этилтетрагидрофуран, 2-метилтетрагидро-2*H*-пиран, 3-метилтетрагидро-2*H*-пиран, 4-метилтетрагидро-2*H*-пиран, 2,4-диметилтетрагидро-2*H*-пиран, 2-этилтетрагидро-2*H*-пиран, 3-этилтетрагидро-2*H*-пиран, 4-этилтетрагидро-2*H*-пиран, оксепан, оксокан, оксанан, 1,3-диоксолан, диоксан, 1,4-диоксепан, 1,5-диоксокан, 1,5-диоксанан. В одном варианте реализации соединение, содержащее простой C₄-C₉-эфир, может быть замещено одной или более -ОН.

[0069] Термин «C₄-C₉-кетон или дикетон» относится к C₄-C₉-членному неразветвленному, разветвленному или циклическому соединению, содержащему одну или две функциональные группы кетона. Типичные примеры C₄-C₉-членного кетона включают, но не ограничиваются ими, бутанон, пентанон, гексанон, гептанон, октанон, нонанон, гептан-2,6-дион, ацетонилацетон, циклогексанон, 4-метилциклогексанон, метилэтилкетон, 1,2-дикетоны, такие как 2,3-пентандион.

[0070] Используемый в настоящем документе термин «соединение, содержащее сложный C₄-C₉-эфир» означает 4-, 5-, 6-, 7-, 8- или 9-членный насыщенный, неразветвленный или разветвленный сложный эфир. Типичные соединения, содержащие сложный C₄-C₉-эфир и используемые в настоящем документе, включают, но не ограничиваются ими, этилацетат, пропилацетат, метилпропионат, этилпропионат, пропилпропионат, бутилпропионат, бутилбутират, изопентилацетат, 3,3-диметилбутилацетат, 3,3-диметилбутилпропионат, изопропилпропионат, *трет*-бутилпропионат, этилпропионат, метилпивалат, этилпивалат.

[0071] Используемый в настоящем документе термин «простой гликолевый C₄-C₉-эфир» представляет собой 4-, 5-, 6-, 7-, 8- или 9-членный насыщенный неразветвленный или разветвленный простой гликолевой эфир, включающий, без ограничений, метиловый эфир пропиленгликоля, метилэтилацетат дипропиленгликоля, *n*-пропиловый эфир дипропиленгликоля, *n*-бутиловый эфир пропиленгликоля, *n*-бутиловый эфир дипропиленгликоля, *n*-бутиловый эфир трипропиленгликоля, фениловый эфир пропиленгликоля, диацетат пропиленгликоля или их комбинации. Предпочтительно простой гликолевый эфир имеет растворимость в воде менее 30 % мас., более предпочтительно растворимость в воде менее 20 % мас.

[0072] Используемый в настоящем документе термин «соединение, содержащее амин» означает первичный, вторичный или третичный амин. Предпочтительно соединение, содержащее амин, представляет собой соединение третичного амина.

[0073] Раствор для осушения растворителей предложен для удаления воды из растворителя, и раствор содержит:

- a) по меньшей мере один C_1 - C_7 -алкиламин или соединение, содержащее четвертичный аммоний; или
- b) по меньшей мере одно соединение, содержащее карбоновую кислоту, или алкилсульфоновую кислоту; или
- c) по меньшей мере один неразветвленный или разветвленный C_3 - C_9 -алкил, замещенный -ОН; или
- d) комбинацию от a) до c),

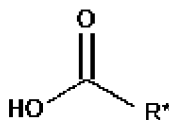
в растворителе, содержащем воду и содержащем по меньшей мере два или более компонентов, независимо выбранных из любой комбинации целых чисел 1), 2), 3) и 4), при этом:

- i) представляет собой соединение, содержащее неразветвленный, разветвленный или необязательно замещенный циклический простой C_4 - C_9 -эфир;
- ii) представляет собой линейный или разветвленный C_3 - C_9 -алкил, замещенный -ОН;
- iii) представляет собой неразветвленный, разветвленный или циклический C_4 - C_9 -кетон или C_4 - C_9 -дикетон; и
- iv) представляет собой соединение, содержащее неразветвленный или разветвленный сложный C_3 - C_9 -эфир;

при этом по меньшей мере один компонент растворителя, содержащего воду, по существу не смешивается с водным раствором 1 молярного хлорида натрия при 20 градусах Цельсия или выше и при 1 атмосфере.

[0074] Следует понимать, что в растворе для осушения растворителей может использоваться ряд соединений, содержащих карбоновые кислоты. Предполагается, что может быть использована комбинация одного или более соединений, содержащих карбоновую кислоту. В одном варианте реализации соединение, содержащее карбоновую кислоту, выбрано из одного или более из следующего:

- a) соединение Формулы I,



Формула I

где R* выбран из -C₁-C₇-алкил-ОН, -C₁-C₇-алкила, -C₁-C₇-алкил-NH₂, -C₁-C₇-алкил-NHR₃ и -C₁-C₇-алкил-NR₃R₄, где каждый R₃ и R₄ выбраны из -H, -ОН, -галогена, -C₁-C₇-алкила, -C₁-C₇-алкил-ОН, -C(O)ОН, -C(O)-H или -C(O)-(C₁-C₇-алкил); и

b) полимер, содержащий одну или более групп карбоновой кислоты.

[0075] В одном варианте реализации растворитель, содержащий воду, содержит соединение, содержащее амин, в качестве заменителя одного из целых чисел 1), 2), 3) и 4).

[0076] В одном варианте реализации раствор для осушения растворителей содержит по меньшей мере один C₁-C₇-алкиламин или соединение, содержащее четвертичный аммоний, такое как бетаин, карбамид и холина хлорид.

[0077] В одном варианте реализации раствор для осушения растворителей содержит по меньшей мере один неразветвленный или разветвленный C₃-C₉-алкил, замещенный -ОН.

[0078] В одном варианте реализации по меньшей мере один неразветвленный или разветвленный C₃-C₉-алкил, замещенный -ОН, раствора для осушения растворителей содержит по меньшей мере два заместителя -ОН.

[0079] В одном варианте реализации по меньшей мере один неразветвленный или разветвленный C₃-C₉-алкил, замещенный -ОН, раствора для осушения растворителей выбран из 1,4-бутандиола, глицерина или их комбинации.

[0080] В одном варианте реализации соединение, содержащее простой C₄-C₉-эфир, выбрано из одного или более из 2-метилтетрагидрофурана, 3-метилтетрагидрофурана, 2-этилтетрагидрофурана, 3-этилтетрагидрофурана, диоксана, 1-этоксипропана и простого гликолевого C₄-C₉-эфира или их комбинаций.

[0081] В одном варианте реализации неразветвленный или разветвленный C₃-C₉-алкил, замещенный -ОН, выбран из одного или более из 1-бутанола, 2-бутанола и 1-пентанола или их комбинаций.

[0082] В одном варианте реализации простой гликолевый C₄-C₉-эфир выбран из одного или более из метилового эфира пропиленгликоля, метилэтилацетата дипропиленгликоля, н-пропилового эфира дипропиленгликоля, н-бутилового эфира пропиленгликоля, н-бутилового эфира дипропиленгликоля, н-бутилового эфира трипропиленгликоля, фенилового эфира пропиленгликоля, диацетата пропиленгликоля или их комбинаций.

[0083] В одном варианте реализации C₄-C₉-кетон или дикетон выбраны из одного или более из ацетонилацетона или 2-бутанона.

[0084] Следует понимать, что молярные отношения двух компонентов в растворе для осушения растворителей могут быть выбраны из около 1:99 или 99:1, или около 1:50 или 50:1, или около 1:10 или 10:1, или около 1: 5 или 5:1 или около 1:3 или 3:1 или около 1:2 или 2:1 или около 1:1.

[0085] В изобретении также предложен способ выделения воды из раствора для осушения растворителей, который включает этапы приведения в контакт растворителя, содержащего воду, как определено выше, с:

- a) по меньшей мере одним C₁-C₇-алкиламином или соединением, содержащим четвертичный аммоний, и
- b) по меньшей мере одним соединением, содержащим карбоновую кислоту, или алкилсульфоновой кислотой; или
- c) по меньшей мере одним неразветвленным или разветвленным C₃-C₉-алкилом, замещенным -ОН; или
- d) комбинацией от a) до c),

при этом при контакте вода высвобождается из растворителя, содержащего воду, с образованием несмешиваемого слоя с растворителем, обедненным водой.

[0086] Следует понимать, что существует множество процессов, которые могут включать этот этап. Одним из таких процессов является противоточный процесс. Такой процесс предполагает рециркуляцию раствора для осушения растворителей противоточным способом для использования с растворителями, у которых постепенно увеличивается влажность. Соответственно, в одном варианте реализации способ, определенный в настоящем документе, может быть использован в противоточном процессе.

[0087] В одном варианте реализации способ включает этап отделения выделенной воды от несмешиваемого слоя растворителя, обедненного водой. Поскольку вода образует смешиваемый слой, ее можно физически отделить от слоя растворителя.

[0088] В одном варианте реализации способ включает этап восстановления растворителя. Предполагается, например, что восстановленный раствор для осушения растворителей может быть рециркулирован для использования в дальнейшем процессе осушения растворителей. Предпочтительно способ восстановления раствора для осушения растворителей является непрерывным процессом восстановления.

[0089] В одном варианте реализации этап восстановления раствора для осушения растворителей осуществляется с помощью одной или более из следующих методик: мембранная дистилляция, испарение через полупроницаемую мембрану, осмос, управляемые давлением мембранные процессы, управляемые осмосом мембранные процессы, управляемые давлением мембранные процессы с помощью осмоса, управляемые осмосом мембранные процессы с помощью давления, фильтрация, механическое повторное сжатие пара, процессы на основании испарения, реагенты, специфические для воды, или методы кристаллизации и т.п.

ПРИМЕРЫ

[0090] Примеры, описанные в настоящем документе, предоставлены с целью иллюстрации конкретных вариантов реализации изобретения и не предназначены для какого-либо ограничения изобретения. Рядовые специалисты в данной области техники могут использовать раскрытия и указания в настоящем документе для создания других вариантов реализации и вариаций без лишних экспериментов. Все варианты реализации и вариации считаются частью настоящего изобретения.

Пример 1 – Способность различных растворов для осушения растворителей удалять воду

[0091] Различные типы соединений с разными типами функциональных групп были испытаны в качестве растворов для осушения растворителей. Эти растворы включали различные типы функциональных групп, такие как цвиттер-ионы, соединения, содержащие четвертичный аммоний, или спирты. Способность растворов для осушения растворителей удалять воду определяли аналитическими методами и сравнивали их характеристики.

[0092] Растворы для осушения растворителей были получены с использованием бетаина (триметилглицина), холина хлорида, саркозина, 1,4-бутандиола, карбамида, глицерина и их комбинаций, как приведено в Таблице 1.

Таблица 1: Перечень растворов для осушения растворителей вместе с их концентрациями/мольными соотношениями

Раствор для осушения растворителей	Концентрация (г/мл)	Мольное отношение компонента 1 к 2	Молярная концентрация (моль/л)
Бетаин	1,2		5,12
Саркозин	1,48		8,1
Холина хлорид	2,5		3,67
Бетаин:саркозин		1,6:1	6,94
Холина хлорид:1,4-бутандиол		1: 2	7,15
Холина хлорид:глицерин		1: 2	7,633
Холина хлорид:карбамид		1: 2	9,785
Холина хлорид:саркозин		2: 1	5,86
L-карнитин	2,1		4,94
Трихолина цитрат	1,86		1,52
Ацетилхолина хлорид	4		1,76
Тетраметиламмония хлорид	2		6,29
Тетраэтиламмония хлорид	2		4,16
(Винилбензил)тетра метиламмония хлорид	4		4,7
Поли(бис(2-хлорэтил)эфир-альт-1,3-бис{3-(диметиламино)пропил}карбамид	1,63		Полимерная смесь
[2-(метакрилокси)этил] диметил-(3-сульфопропил)аммония гидроксид	4		3,25
Аммониевая соль изоэтионовой кислоты	2		6

Растворитель 1 2-метилтетрагидрофуран (MeTHF) и 1-бутанол

[0093] Была получена смесь растворителей 2-метилтетрагидрофурана (MeTHF) и 1-бутанола, объединенных в молярном соотношении 2:3.

[0094] Образцы, содержащие растворитель и раствор для осушения растворителей, смешивали в вихревом смесителе в течение 30 секунд. После тщательного перемешивания эти образцы центрифугировали при 4000 об/мин в течение 1 минуты, чтобы любые осажденные соли осели на дне пробирок с образцами.

[0095] Газовую хроматографию (ГХ) (Shimadzu Nexis GC-2030) использовали для количественного определения % воды в растворителе после осушения раствором для осушения растворителей.

[0096] Гидратированный растворитель из 2-метилтетрагидрофурана (MeTHF) и 1-бутанола был получен таким образом, чтобы % воды составлял около 10 %, чтобы получить образец влажного растворителя. Растворы для осушения растворителей добавляли к образцу влажного растворителя и перемешивали с помощью вихревого смесителя с последующим центрифугированием образца для осаждения эмульсий. Соотношение, при котором раствор для осушения растворителей добавляли к влажному растворителю, составляло 1:20 по объему.

[0097] Для этого эксперимента 5 мл влажного растворителя были отобраны в центрифужные пробирки и к каждому из этих образцов добавлены растворы для осушения растворителей. После перемешивания и центрифугирования 1 мл фазы растворителя пипеткой отбирали во флакон ГХ для тестирования. Образцы сухого растворителя вводили в ГХ, чтобы точно определить % воды. Была измерена и нанесена на график способность к осушению различных растворов для осушения растворителей.

[0098] Перечень растворов для осушения растворителей содержал как однокомпонентные системы, так и многокомпонентные системы. В следующей Таблице 2 приведены различные соединения и их концентрации, выбранные для получения растворов для осушения растворителей:

Таблица 2: В следующей Таблице приведена способность к осушению растворов для осушения растворителей:

Раствор для осушения растворителей	Начальный % воды	% воды после сушки	Отделенная вода
---	-------------------------	---------------------------	------------------------

Раствор для осушения растворителей	Начальный % воды	% воды после сушки	Отделенная вода
Бетаин	10,931	7,991	2,94
Саркозин	10,931	7,77	3,16
Холина хлорид (2,5 г/мл)	10,931	7,091	3,84
Бетаин:саркозин (1,6:1)	10,931	6,982	3,949
Холина хлорид:1,4-бутандиол (1:2)	10,931	8,575	2,36
Холина хлорид:глицерин	10,931	8,047	2,88
Холина хлорид:саркозин (1:2)	10,931	6,982	3,95
Холина хлорид:саркозин (2:1)	10,931	7,381	3,55
Холина хлорид:карбамид	10,931	7,769	3,16
L-карнитин	10,931	7,519	3,412
Трихолина цитрат	10,931	7,458	3,473
Тетраметиламмония хлорид	10,931	6,896	4,035
Поли[бис(2-хлорэтил)эфир- <i>альт</i> -1,3-бис[3-(диметиламино)пропил]карбамид], кватернизованный раствор	10,931	8,784	2,147
[2-(метакрилокси)этил]диметил-(3-сульфопропил)аммония гидроксид	10,931	10,165	0,766
Аммониевая соль изоэтионовой кислоты	10,931	7,281	3,65

Результаты сведены в Таблицу 2 и также изображены на Фигуре 1.

Растворитель 2 Этилацетат и 2-бутанон

[0099] Была получена смесь растворителей этилацетата и 2-бутанона, объединенных в молярном соотношении 1:4.

[00100] Образцы, содержащие растворитель и раствор для осушения растворителей, смешивали в вихревом смесителе в течение 30 секунд. После тщательного перемешивания эти образцы центрифугировали при 4000 об/мин в течение 1 минуты, чтобы любые осажденные соли осели на дне пробирок с образцами.

[00101] Газовую хроматографию (ГХ) (Shimadzu Nexis GC-2030) использовали для количественного определения % воды в растворителе после осушения раствором для осушения растворителей.

[00102] Гидратированный растворитель из этилацетата и 2-бутанона был получен таким образом, чтобы % воды составлял около 6 %, чтобы получить образец влажного растворителя. Растворы для осушения растворителей добавляли к образцу влажного растворителя и перемешивали с помощью вихревого смесителя с последующим центрифугированием образца для осаждения эмульсий. Соотношение, при котором раствор для осушения растворителей добавляли к влажному растворителю, составляло 1:20 по объему.

[00103] Для этого эксперимента 5 мл влажного растворителя были отобраны в центрифужные пробирки и к каждому из этих образцов добавлены растворы для осушения растворителей. После перемешивания и центрифугирования 1 мл фазы растворителя пипеткой отбирали во флакон ГХ для тестирования. Образцы сухого растворителя вводили в ГХ, чтобы точно определить % воды. Была измерена и нанесена на график способность к осушению различных растворов для осушения растворителей.

[00104] Перечень растворов для осушения растворителей содержал как однокомпонентные системы, так и многокомпонентные системы. В следующей Таблице 3 приведены различные соединения и их концентрации, выбранные для получения растворов для осушения растворителей:

Таблица 3: В следующей Таблице приведена способность к осушению растворов для осушения растворителей:

Раствор для осушения растворителей	Начальный % воды	% воды после сушки	Отделенная вода
Бетаин	6,218	3,846	2,372
Саркозин	6,218	3,607	2,611
Холина хлорид (2,5 г/мл)	6,218	3,143	3,075
Бетаин:саркозин	6,218	3,367	2,851

Раствор для осушения растворителей	Начальный % воды	% воды после сушки	Отделенная вода
Холина хлорид:1,4-бутандиол (1:2)	6,218	4,472	1,746
Холина хлорид:глицерин	6,218	3,41	2,808
Холина хлорид:саркозин (2:1)	6,218	3,054	3,164
Холина хлорид:карбамид	6,218	3,616	2,602
L-карнитин	6,218	3,527	2,691
Трихолина цитрат	6,218	3,645	2,573
Ацетилхолина хлорид	6,218	3,118	3,100
Тетраметиламмония хлорид	6,218	2,959	3,259
Тетраэтиламмония хлорид	6,218	3,407	2,811
(Винилбензил)тетраметиламмония хлорид	6,218	4,385	1,833
Поли[бис(2-хлорэтил)эфир- <i>альт</i> -1,3-бис[3-(диметиламино)пропил]карбамид], кватернизованный раствор	6,218	3,914	2,304
[2-(метакрилокси)этил]диметил-(3-сульфопропил)аммония гидроксид	6,218	5,09	1,128
Аммониевая соль изоэтионовой кислоты	6,218	3,435	2,783

Результаты сведены в Таблицу 3 и также изображены на Фигуре 2.

Растворитель 3 Этилацетат и 1-бутанол

[00105] Была получена смесь растворителей этилацетата и 1-бутанола, объединенных в молярном соотношении 2:3.

[00106] Образцы, содержащие растворитель и раствор для осушения растворителей, смешивали в вихревом смесителе в течение 30 секунд. После тщательного перемешивания

эти образцы центрифугировали при 4000 об/мин в течение 1 минуты, чтобы любые осажденные соли осели на дне пробирок с образцами.

[00107] Газовую хроматографию (ГХ) (Shimadzu Nexis GC-2030) использовали для количественного определения % воды в растворителе после осушения раствором для осушения растворителей.

[00108] Гидратированный растворитель из этилацетата и 1-бутанола был получен таким образом, чтобы % воды составлял около 11 %, чтобы получить образец влажного растворителя. Растворы для осушения растворителей добавляли к образцу влажного растворителя и перемешивали с помощью вихревого смесителя с последующим центрифугированием образца для осаждения эмульсий. Соотношение, при котором раствор для осушения растворителей добавляли к влажному растворителю, составляло 1:20 по объему.

[00109] Для этого эксперимента 5 мл влажного растворителя были отобраны в центрифужные пробирки и к каждому из этих образцов добавлены растворы для осушения растворителей. После перемешивания и центрифугирования 1 мл фазы растворителя пипеткой отбирали во флакон ГХ для тестирования. Образцы сухого растворителя вводили в ГХ, чтобы точно определить % воды. Была измерена и нанесена на график способность к осушению различных растворов для осушения растворителей.

[00110] Перечень растворов для осушения растворителей содержал как однокомпонентные системы, так и многокомпонентные системы. В следующей Таблице 4 приведены различные соединения и их концентрации, выбранные для получения растворов для осушения растворителей:

Таблица 4: В следующей Таблице приведена способность к осушению растворов для осушения растворителей:

	10,90 % влажного абсолютного этилацетата-1-бутанола.		
Раствор для осушения растворителей	Начальный % воды	% воды после сушки	Отделенная вода
Бетаин	10,90	8,52	2,38
Саркозин	10,90	7,92	2,99
Холина хлорид	10,90	8,43	2,47
Холина хлорид (2,5 г/мл)	10,90	7,55	3,36

	10,90 % влажного абсолютного этилацетата-1-бутанола.		
Раствор для осушения растворителей	Начальный % воды	% воды после сушки	Отделенная вода
Бетаин:саркозин (1,6:1)	10,90	7,75	3,16
Холина хлорид: 1,4-бутандиол	10,90	8,77	2,13
Холина хлорид:глицерин	10,90	8,96	1,95
Холина хлорид:саркозин (2:1)	10,90	7,68	3,22
Холина хлорид:карбамид	10,90	8,75	2,16
L-карнитин	10,90	7,60	3,30
Трихолина цитрат	10,90	7,56	3,34
Тетраметиламмония хлорид	10,90	7,36	3,55
Поли(бис(2-хлорэтил)эфир-альт-1,3-бис{3-(диметиламино)пропил}карбамид	10,90	9,16	1,74
[2-(метакрилокси)этил]диметил-(3-сульфопропил)аммония гидроксид	10,90	10,60	0,31
Аммониевая соль изоэтионовой кислоты	10,90	7,57	3,33

Результаты сведены в Таблицу 4 и также изображены на Фигуре 3.

[00111] Результаты, приведенные в Таблицах 2-4 (и на Фигурах 1-3 в формате графиков), показывают, что растворы для осушения растворителей эффективны для удаления значительной части воды из раствора влажного растворителя. Следует понимать, что может быть возможен непрерывный процесс восстановления раствора для

осушения растворителей. Технологическая схема такого непрерывного процесса схематически изображена на Фигуре 4. Следует также понимать, что многократные проходы или многоэтапная регенерация влажного растворителя раствором для осушения растворителей постепенно удалят больше воды при очень ограниченных потребностях в энергии и такой процесс изображен на Фигуре 4. На Фигуре 4 изображен возможный график мембранного процесса разделения под давлением, в котором мембраны на основе диффузии, такие как, без ограничений, мембраны для нанофльтрации, мембраны для обратного осмоса, мембраны с отсечкой молекулярной массы или мембраны для морской воды, могут использоваться на каждом из этапов восстановления, на Этапе 1, Этапе 2 и Этапе 3. Следует понимать, что на каждом этапе могут использоваться разные мембраны в зависимости от характеристик исходного(ых) потока(ов). Кроме того, следует понимать, что давление, при котором будет осуществляться процесс, также будет зависеть от характеристик исходного(ых) потока(ов). Разбавленный раствор для осушения растворителей или исходный поток раствора влажного растворителя (1) в концентрации около 60 % (по объему) и со скоростью включительно до $150 \text{ м}^3/\text{ч}$ будет подаваться в смешанный исходный поток (2), который затем будет подаваться на первый этап осушения растворителей, Этап 1. Смешанный исходный поток (2) совмещает исходный поток (1) с исходным потоком (4) со второго этапа осушения растворителей, Этап 2. Смешанный исходный поток (2) будет подаваться со скоростью включительно до $175 \text{ м}^3/\text{ч}$ при концентрации раствора для осушения растворителей в воде около 59 % (по объему). На Этапе 1 разбавленный раствор для осушения растворителей вступает в контакт с раствором для осушения растворителей, как описано в настоящем документе, для удаления части воды из исходного потока (2) и для образования концентрированного раствора для осушения растворителей (9), который, как ожидается, будет иметь концентрацию около 90 % по объему и ожидаемую скорость потока около $100 \text{ м}^3/\text{час}$. Смесь разбавленного раствора для осушения растворителей, выделенная из Этапа 1, будет подаваться в качестве исходного потока (3) с ожидаемой концентрацией раствора для осушения растворителей около 30 % по объему и со скоростью потока около $75 \text{ м}^3/\text{ч}$ в смешанный исходный поток (5). Смешанный исходный поток (5) будет содержать смесь исходного потока (3) и исходного потока (6) (с третьего этапа осушения растворителей, Этап 3). Предполагается, что исходный поток (5) будет подаваться на второй этап осушения растворителей, Этап 2, со скоростью потока около $100 \text{ м}^3/\text{ч}$ и концентрацией раствора для осушения растворителей около 32 % по объему. Концентрированный исходный поток (4) раствора для осушения растворителей из Этапа 2 будет подаваться обратно в свободный поток (2) со скоростью потока около $25 \text{ м}^3/\text{ч}$ и с концентрацией

раствора для осушения растворителей около 56 %. Исходный поток разбавленного раствора для осушения растворителей (7) из Этапа 2 будет подаваться на третий Этап 3 осушения растворителей. Ожидается, что исходный поток (7) будет иметь концентрацию раствора для осушения растворителей около 10 % по объему. Исходный поток (7) будет подаваться с ожидаемой скоростью около 75 м³/час на третий этап осушения растворителей, Этап 3. Исходной поток (6) концентрированного раствора для осушения растворителей (около 35 %) будет восстановлен на Этапе 3 и циркулирован обратно в смешанный исходный поток (5), который подается на Этап 2 осушения растворителей. Исходный поток воды (8) будет собираться на Этапе 3 с ожидаемой скоростью потока около 50 м³/час.

[00112] Было проведено дальнейшее исследование по изучению использования карнитина, который имеет название по ИЮПАК 3-гидрокси-4-(триметилазаниумил)бутаноат (соединение, содержащее четвертичный аммоний), в качестве раствора для осушения растворителей с различной влажностью. Гидратированный растворитель 2-метилтетрагидрофурана (MeTHF) и 1-бутанола был получен таким образом, что % воды варьировался (3,8 %, 5,9 % и 8 % влажного) для создания ряда образцов влажного растворителя. Раствор для осушения растворителей, содержащий 2,1 г/мл, добавляли к образцам влажных растворителей и перемешивали с помощью вихревого смесителя с последующим центрифугированием образцов для осаждения эмульсий. Соотношение, при котором раствор для осушения растворителей добавляли к влажному растворителю, составляло 1:20 по объему.

[00113] Для этого эксперимента 5 мл влажного растворителя были отобраны в центрифужные пробирки и к каждому из этих влажных образцов добавлен раствор для осушения растворителей, который содержал карнитин. После перемешивания и центрифугирования 1 мл фазы растворителя пипеткой отбирали во флакон ГХ для тестирования. Образцы сухого растворителя вводили в ГХ, чтобы точно определить % воды. Была измерена и сведена в Таблицу 5 способность к осушению различных растворов для осушения растворителей.

Таблица 5:

Раствор для осушения растворител	Концентрация	2-(MeTHF) и 1-бутанол, влажность 3,8 %	2-(MeTHF) и 1-бутанол, влажность 5,9 %	2-(MeTHF) и 1-бутанол, влажность 8 %

ей		после сушки	после сушки	после сушки
Карнитин	2,1 г/мл	3,416	4,804	5,938

Примеры противоточного процесса

[00114] Целью использования противоточной регенерации с раствором для осушения растворителей является уменьшение использования обратного осмоса для снижения общего потребления энергии системой. Противоточный процесс приведен со ссылкой на Фигуру 6. Получают смесь влажных растворителей (влажный абсорбент на Фигуре 6), в которой в смесь растворителей добавляют насыщенный солевой раствор в запланированном соотношении и перемешивают (перемешивают в течение 30 секунд и центрифугируют в течение 1 минуты при 4000 об/мин). Для начального эксперимента А (изображенного на Фигуре 6) проводятся несколько этапов регенерации. Разбавленный раствор для осушения растворителей (Реген) со 2-го этапа регенерации повторно используется для 1-го этапа регенерации следующего этапа (В). На 3-м этапе регенерации всегда используется чистый раствор для осушения растворителей (Реген). Свежеразбавленный регенерант из 3-й регенерации повторно используется для 2-й регенерации следующего этапа (В). Это длится столько этапов, сколько необходимо. На каждом этапе раствор для осушения растворителей (Реген) добавляют к смеси влажных растворителей в объемном соотношении 1:20. Этапы регенерации, а также противоточные этапы можно увеличить в зависимости от предполагаемой влажности смеси влажных растворителей (Абсорбент). На Фигуре 6 изображена трехэтапная противоточная регенерация. Если было испытано больше этапов, чем количество этапов эксперимента, необходимых для определения полного результата противоточных серий, регенерация будет на один этап больше, чем этапы регенерации (например, четыре этапа регенерации потребуют выполнения до этапа Е).

Со ссылкой на Фигуры 7-10, графически представлены результаты различных серий многоэтапной противоточной регенерации с разными смесями влажных растворителей и разными растворами для осушения растворителей, как приведено в Таблице 6. Можно заметить, что с последовательными этапами регенерации содержание воды в смеси растворителей уменьшается. Это показывает, что раствор для осушения растворителей удаляет воду из смеси влажных растворителей.

Таблица 6:

Молярное отношение компонентов растворителя		
Смесь влажных растворителей		Молярное отношение компонентов
Этилацетат-2-бутанон		1:4
Триэтиламин-2-бутанон		1:2
Концентрация раствора для удаления воды		
Раствор для удаления воды	Молярное отношение компонентов	Молярная концентрация (моль/л)
Бетаин-Саркозин	1,6:1	6,94
Холина хлорид	-	3,67

[00115] Настоящее изобретение и его варианты реализации были описаны подробно. Однако объем настоящего изобретения не предусматривает ограничения конкретными вариантами реализации какого-либо процесса, производства, состава вещества, соединениями, средствами, способами и/или этапами, описанными в описании. Различные модификации, замены и вариации могут быть внесены в раскрытый материал без отклонения от сущности и/или существенных характеристик настоящего изобретения. Соответственно, рядовой специалист в данной области техники легко поймет по раскрытию, что поздние модификации, замены и/или вариации, выполняющие по существу ту же функцию или достигающие по существу того же результата, что и варианты реализации, описанные в настоящем документе, могут быть использованы в соответствии с такими связанными вариантами реализации настоящего изобретения. Следовательно, приведенные ниже пункты формулы изобретения имеют целью охватить, в пределах их объема, модификации, замены и вариации комбинаций, наборов, соединений, средств, способов и/или этапов, описанных в этом документе.

Формула изобретения

1 Раствор для осушения растворителей, содержащий:

- a) по меньшей мере один C_3 - C_9 -алкиламин или соединение, содержащее четвертичный аммоний; или
- b) по меньшей мере одно соединение, содержащее карбоновую кислоту, или алкилсульфоновую кислоту; или
- c) по меньшей мере один неразветвленный или разветвленный C_3 - C_9 -алкил, замещенный -ОН; или
- d) комбинацию от a) до c),

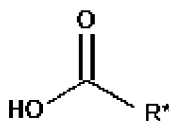
в растворителе, содержащем воду и содержащем по меньшей мере два или более компонентов, независимо выбранных из любой комбинации целых чисел 1), 2), 3) и 4), при этом:

- 1) представляет собой соединение, содержащее неразветвленный, разветвленный или необязательно замещенный циклический простой C_4 - C_9 -эфир;
- 2) представляет собой неразветвленный или разветвленный C_3 - C_9 -алкил, замещенный -ОН;
- 3) представляет собой неразветвленный, разветвленный или циклический C_4 - C_9 -кетон или C_4 - C_9 -дикетон; и
- 4) представляет собой соединение, содержащее неразветвленный или разветвленный сложный C_3 - C_9 -эфир;

при этом по меньшей мере один компонент растворителя, содержащего воду, по существу не смешивается с водным раствором 1 молярного хлорида натрия при 20 градусах Цельсия или выше и при 1 атмосфере.

2 Раствор для осушения растворителей по п. 1, отличающийся тем, что соединение, содержащее карбоновую кислоту, выбрано из одного или более из следующего:

- a) соединение Формулы I,



Формула I

где R* выбран из -C₁-C₇-алкил-ОН, -C₁-C₇-алкила, -C₁-C₇-алкил-NH₂, -C₁-C₇-алкил-NHR₃ и -C₁-C₇-алкил-NR₃R₄, где каждый R₃ и R₄ выбраны из -H, -ОН, -галогена, -C₁-C₇-алкила, -C₁-C₇-алкил-ОН, -C(O)ОН, -C(O)-H или -C(O)-(C₁-C₇-алкил); и

b) полимер, содержащий одну или более групп карбоновой кислоты.

- 3 Раствор для осушения растворителей по п. 1, содержащий по меньшей мере один C₁-C₇-алкиламин или соединение, содержащее четвертичный аммоний.
- 4 Раствор для осушения растворителей по п. 3, отличающийся тем, что по меньшей мере один C₁-C₇-алкиламин или соединение, содержащее четвертичный аммоний, раствора для осушения растворителя выбраны из одного или более из бетаина, карнитина, карбамида и холина, каждый из которых необязательно с противоионом.
- 5 Раствор для осушения растворителей по п. 1, содержащий по меньшей мере один неразветвленный или разветвленный C₃-C₉-алкил, замещенный -ОН.
- 6 Раствор для осушения растворителей по п. 5, отличающийся тем, что по меньшей мере один неразветвленный или разветвленный C₃-C₉-алкил, замещенный -ОН, раствора для осушения растворителей содержит по меньшей мере два заместителя -ОН.
- 7 Раствор для осушения растворителей по п. 6, отличающийся тем, что по меньшей мере один неразветвленный или разветвленный C₃-C₉-алкил, замещенный -ОН, раствора для осушения растворителей выбран из 1,4-бутандиола, глицерина или их комбинаций.
- 8 Раствор для осушения растворителей по п. 1, содержащий по меньшей мере одно соединение, содержащее карбоновую кислоту.
- 9 Раствор для осушения растворителей по п. 1, отличающийся тем, что растворитель, содержащий воду, содержит соединение, содержащее амин, в качестве заменителя одного из целых чисел 1), 2), 3) и 4).
- 10 Раствор для осушения растворителей по п. 9, отличающийся тем, что амин представляет собой вторичный или третичный амин.

- 11 Раствор для осушения растворителей по п. 9, отличающийся тем, что амин представляет собой третичный амин.
- 12 Раствор для осушения растворителей по п. 1, 4 или 5, содержащий бетаин.
- 13 Раствор для осушения растворителей по п. 1, 4 или 5, содержащий холина хлорид.
- 14 Раствор для осушения растворителей по пп. 1-3, содержащий саркозин.
- 15 Раствор для осушения растворителей по п. 1, содержащий комбинацию бетаина и саркозина.
- 16 Раствор для осушения растворителей по п. 1, содержащий комбинацию холина хлорид и 1,4-бутандиола.
- 17 Раствор для осушения растворителей по п. 16, отличающийся тем, что молярное отношение холина хлорида к 1,4-бутандиолу составляет около 1:2.
- 18 Раствор для осушения растворителей по п. 1, содержащий комбинацию холина хлорида и глицерина.
- 19 Раствор для осушения растворителей по п. 18, отличающийся тем, что молярное отношение холина хлорида к глицерину составляет около 1:2.
- 20 Раствор для осушения растворителей по п. 1, содержащий комбинацию холина хлорид и саркозина.
- 21 Раствор для осушения растворителей по п. 20, отличающийся тем, что молярное отношение холина хлорида к саркозину составляет около 1:2.
- 22 Раствор для осушения растворителей по п. 1, содержащий комбинацию холина хлорида и карбамида.
- 23 Раствор для осушения растворителей по п. 22, отличающийся тем, что молярное отношение холина хлорида к карбамиду составляет около 1:2.
- 24 Раствор для осушения растворителей по любому из пп. 1-23, отличающийся тем, что растворитель содержит соединение, содержащее простой C₄-C₉-эфир, выбранное из одного или более из 2-метилтетрагидрофурана, 3-метилтетрагидрофурана, 2-этилтетрагидрофурана, 3-этилтетрагидрофурана, диоксана, 1-этоксипропана и простого гликолевого C₄-C₉-эфира или их комбинаций.

- 25 Раствор для осушения растворителей по любому из пп. 1-23, отличающийся тем, что неразветвленный или разветвленный C_3 - C_9 -алкил, замещенный -ОН, выбран из одного или более из 1-бутанола, 2-бутанола и 1-пентанола или их комбинаций.
- 26 Раствор для осушения растворителей по любому из пп. 1-23, отличающийся тем, что растворитель содержит простой гликолевый C_4 - C_9 -эфир, выбранный из одного или более из метилового эфира пропиленгликоля, метилэтилацетата дипропиленгликоля, н-пропилового эфира дипропиленгликоля, н-бутилового эфира пропиленгликоля, н-бутилового эфира дипропиленгликоля, н-бутилового эфира трипропиленгликоля, фенилового эфира пропиленгликоля, диацетата пропиленгликоля или их комбинаций.
- 27 Раствор для осушения растворителей по любому из пп. 1-23, отличающийся тем, что растворитель содержит C_4 - C_9 -кетон или дикетон, выбранный из одного или более из ацетонилацетона или 2-бутанона.
- 28 Раствор для осушения растворителей по любому из пп. 1-23, отличающийся тем, что растворитель содержит сложный C_3 - C_9 -эфир, такой как метилацетат или этилацетат.
- 29 Раствор для осушения растворителей по любому из пп. 1-23, отличающийся тем, что растворитель содержит комбинацию 2-метилтетрагидрофурана и ацетонилацетона.
- 30 Раствор для осушения растворителей по любому из пп. 1-23, отличающийся тем, что растворитель содержит комбинацию 2-метилтетрагидрофурана и 1-бутанола.
- 31 Раствор для осушения растворителей по любому из пп. 1-23, отличающийся тем, что растворитель содержит комбинацию 2-метилтетрагидрофурана и 1-пентанола.
- 32 Раствор для осушения растворителей по любому из пп. 1-23, отличающийся тем, что растворитель содержит комбинацию этилацетата и 2-бутанона.
- 33 Раствор для осушения растворителей по любому из пп. 1-23, отличающийся тем, что растворитель содержит комбинацию этилацетата и 2-метилтетрагидрофурана.
- 34 Раствор для осушения растворителей по любому из пп. 1-23, отличающийся тем, что растворитель содержит комбинацию этилацетата и 1-бутанола.

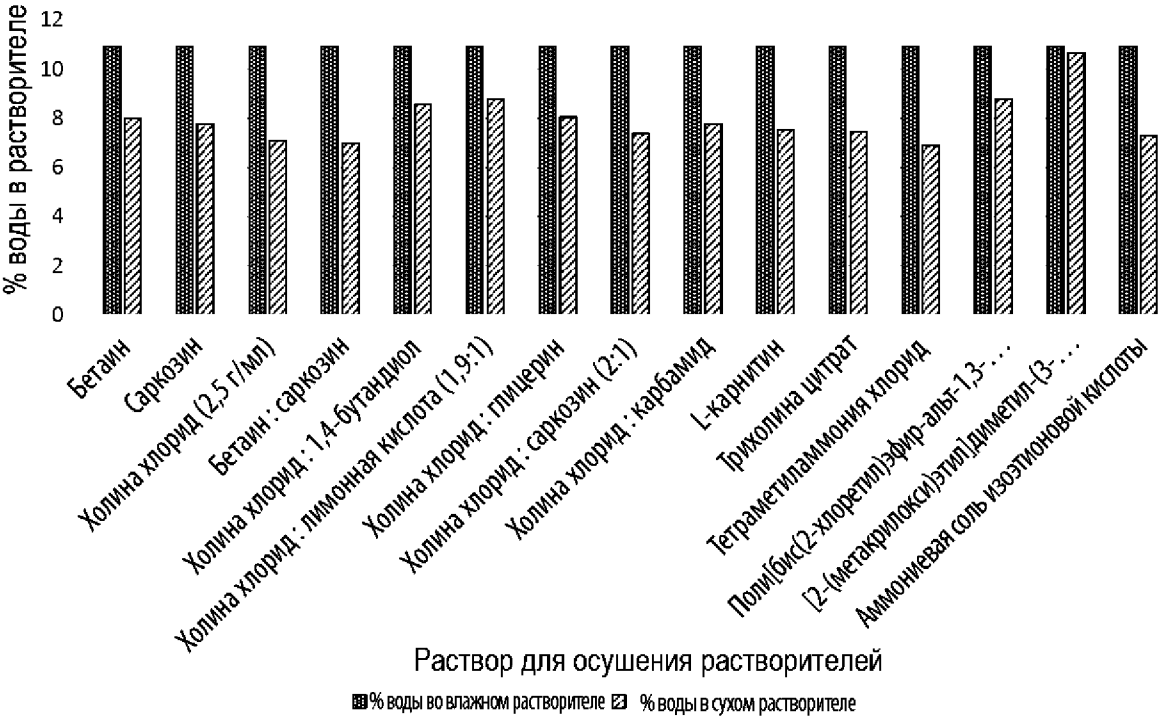
- 35 Раствор для осушения растворителей по любому из пп. 1-23, отличающийся тем, что растворитель содержит комбинацию этилацетата и ацетонилацетона.
- 36 Раствор для осушения растворителей по п. 9, отличающийся тем, что растворитель содержит триэтиламин и 2-бутанон.
- 37 Способ выделения воды из раствора для осушения растворителей, который включает этапы приведения в контакт растворителя, содержащего воду, как определено по любому из пп. 1-36, с:
- a) по меньшей мере одним C_1 - C_7 -алкиламином или соединением, содержащим четвертичный аммоний, и
 - b) по меньшей мере одним соединением, содержащим карбоновую кислоту, или алкилсульфоновой кислотой; или
 - c) по меньшей мере одним неразветвленным или разветвленным C_3 - C_9 -алкилом, замещенным -ОН; или
 - d) комбинацией от a) до c),
- при этом при контакте вода высвобождается из растворителя, содержащего воду, с образованием водного слоя с несмешиваемым растворителем, обедненным водой.
- 38 Способ по п. 37, включающий противоточный процесс.
- 39 Способ по п. 37 или 38, включающий этап отделения выделенной воды от несмешиваемого слоя растворителя, обедненного водой.
- 40 Способ по любому из пп. 37-39, дополнительно включающий этап восстановления растворителя.
- 41 Способ по п. 40, отличающийся тем, что восстановленный раствор для осушения растворителей может быть рециркулирован для использования в дальнейшем процессе осушения растворителей.
- 42 Способ по п. 41, отличающийся тем, что этап восстановления раствора для осушения растворителей является непрерывным процессом восстановления.
- 43 Способ по п. 42, отличающийся тем, что этап восстановления раствора для осушения растворителей осуществляется с помощью одной или более из следующих методик: мембранная дистилляция, испарение через полупроницаемую мембрану, осмос, управляемые давлением мембранные процессы, управляемые осмосом мембранные процессы, управляемые давлением мембранные процессы с

помощью осмоса, управляемые осмосом мембранные процессы с помощью давления, фильтрация, механическое повторное сжатие пара, процессы на основе испарения, реагенты, специфические для воды, или методы кристаллизации и т.п.

- 44 Способ по п. 43, отличающийся тем, что этап восстановления раствора для осушения растворителей осуществляется с помощью методики осмоса с помощью давления.

Фиг. 1

Способность к осушению разных растворов для осушения растворителей на основании % воды во влажном растворителе MeTHF-1-бутанол до и после введения раствора для осушения растворителей



Фиг. 2

Способность к осушению разных растворов для осушения растворителей на основании % воды во влажном растворителе этилацетата-2-бутанона до и после введения раствора для осушения растворителей

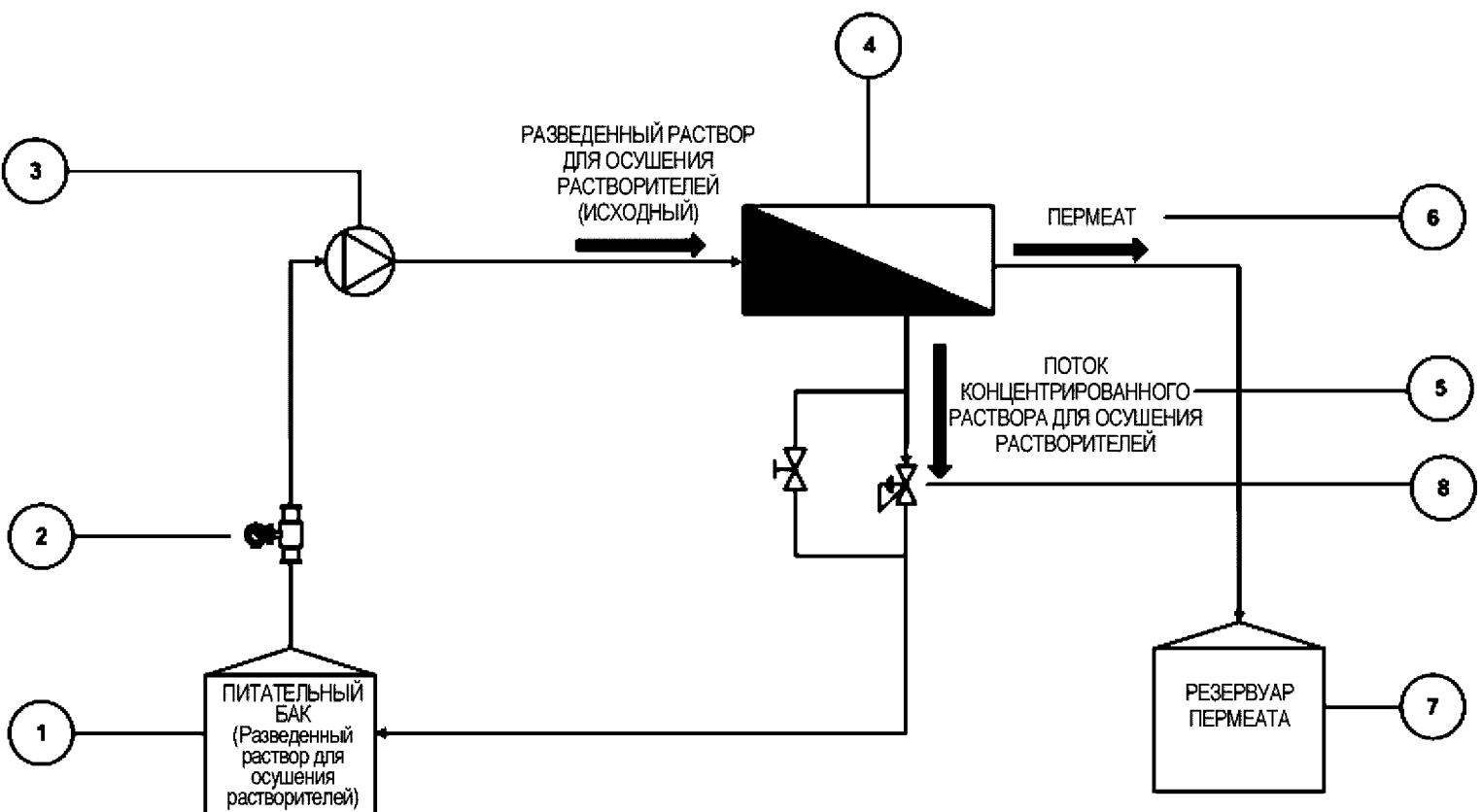


Фиг. 3

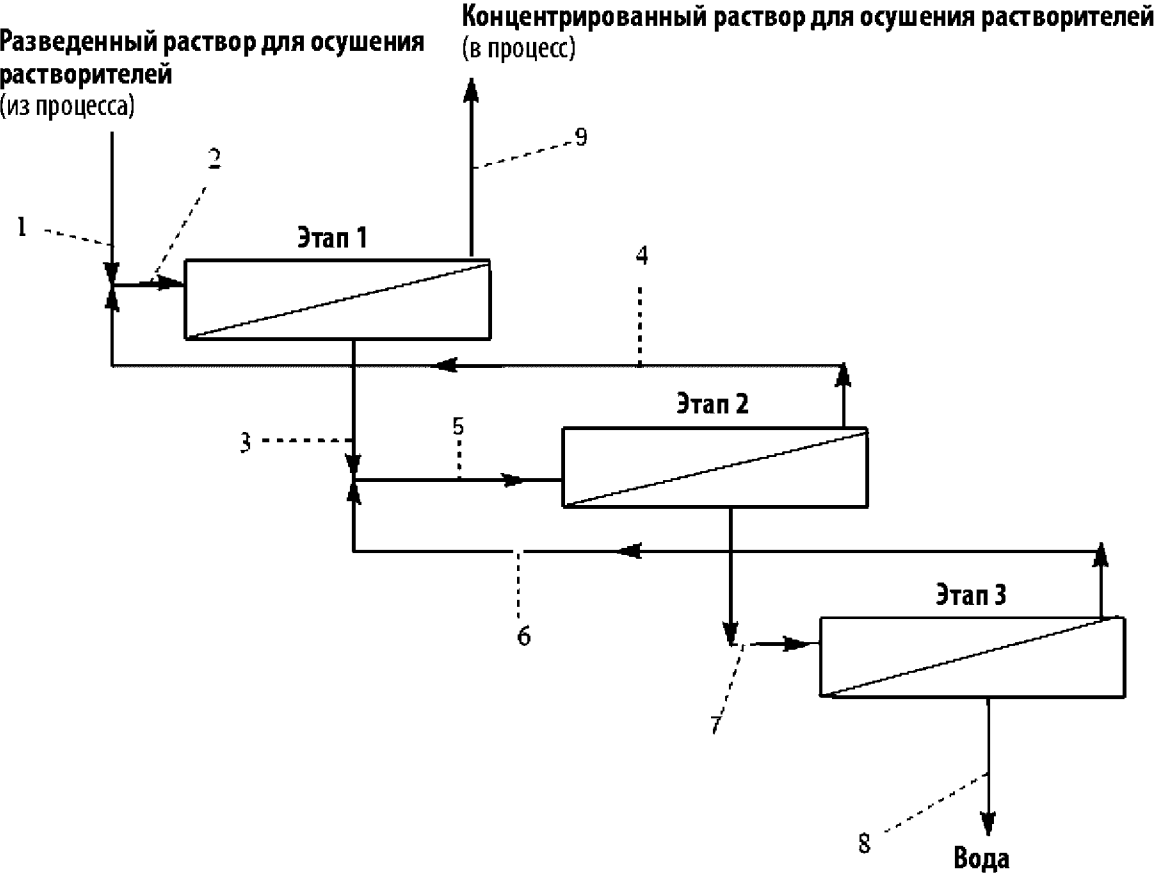
Способность к осушению разных растворов для осушения растворителей на основании % воды во влажном растворителе этилацетата-1-бутанола до и после введения раствора для осушения растворителей



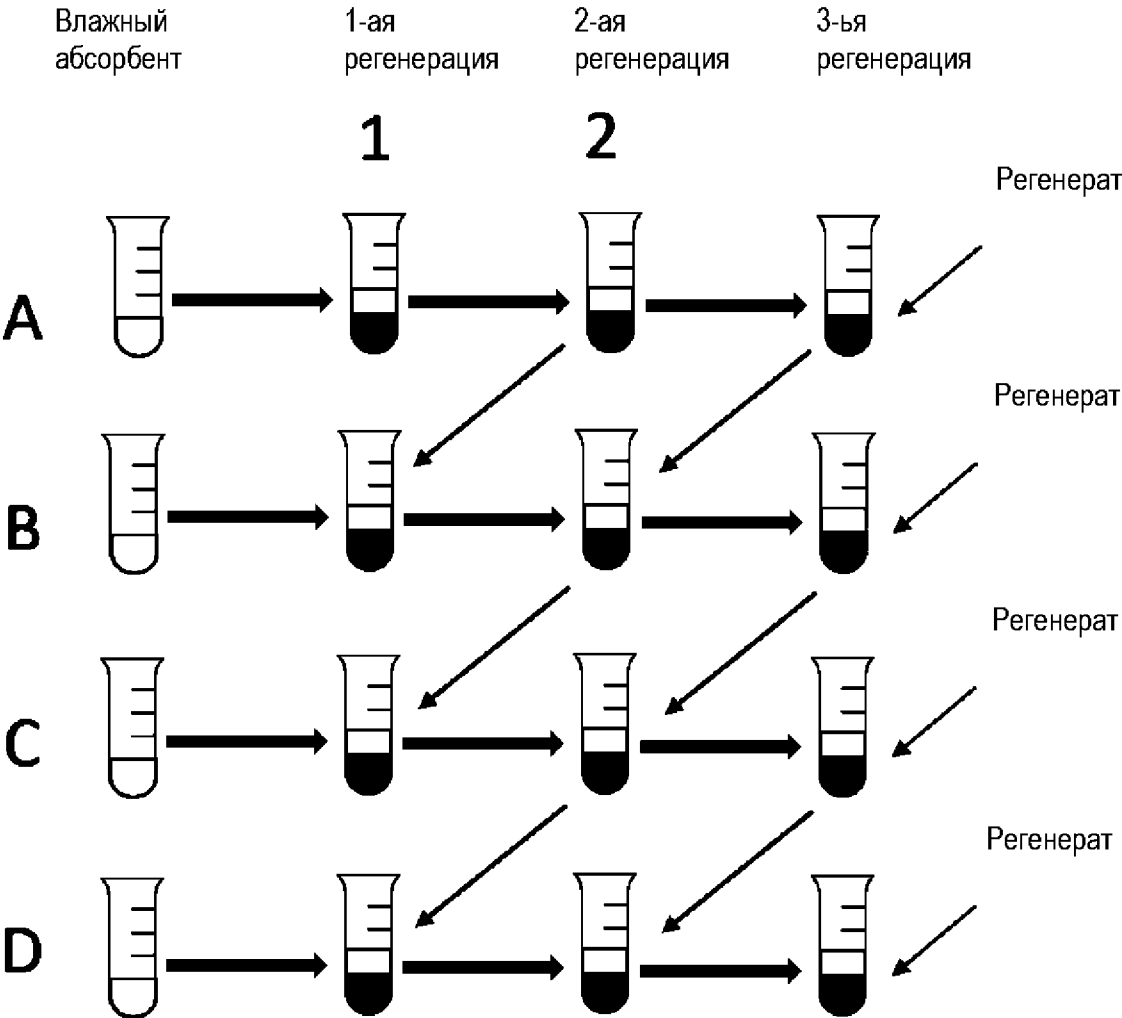
ФИГ. 4



Фиг. 5

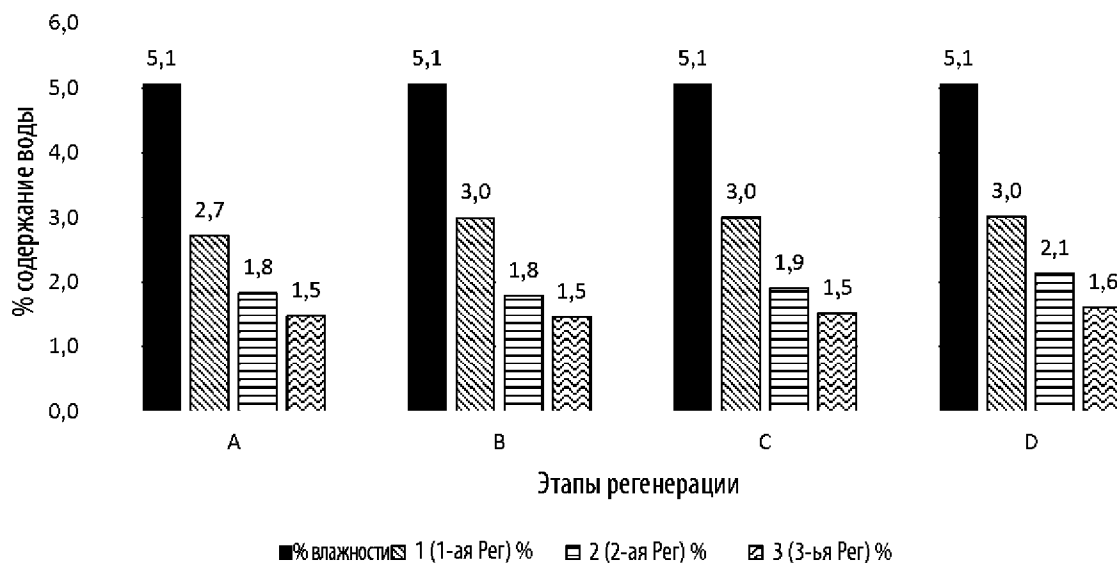


Фиг. 6



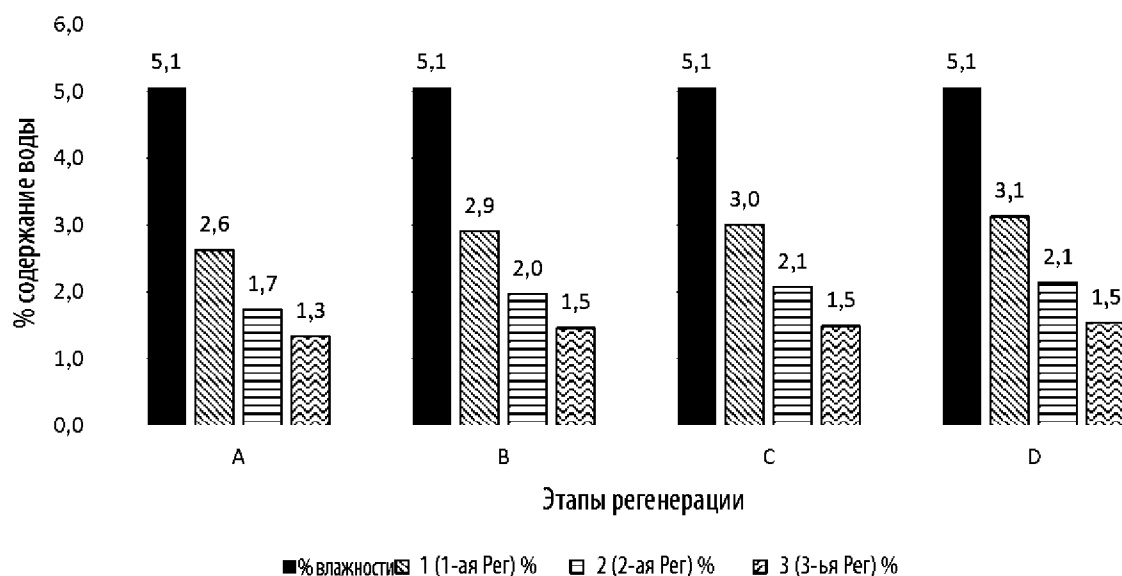
Фиг. 7

Трехэтапная противоточная регенерация для бетаина и саркозина
для сушки влажного этилацета-2-бутанона



Фиг. 8

Трехэтапная противоточная регенерация для холина хлорида для сушки
влажного этилацетата-2-бутанона



Фиг. 9



Фиг. 10

