



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101711924 A

(43) 申请公布日 2010.05.26

(21) 申请号 200910253822.X

(22) 申请日 2006.03.03

(30) 优先权数据

60/658,992 2005.03.04 US

(62) 分案原申请数据

200680007133.5 2006.03.03

(71) 申请人 WEMS 公司

地址 美国加利福尼亚

(72) 发明人 D·弗尼科 R·胡德

(74) 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专
利商标事务所 11038

代理人 王初

(51) Int. Cl.

B01D 11/04 (2006.01)

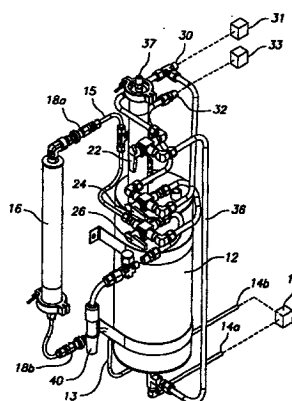
权利要求书 2 页 说明书 5 页 附图 5 页

(54) 发明名称

溶剂净化系统及其方法

(57) 摘要

本发明提供一种溶剂净化系统和方法。该系统包括溶剂存储罐;和存储罐相连且用于从溶剂中过滤水分的过滤器。上述方法包括设置容纳待过滤溶剂的存储罐,设置和存储罐相连的过滤器,反复将溶剂从存储罐供给过滤器,将溶剂过滤,从而去除水分并将过滤的溶剂返回到存储罐。



1. 一种溶剂净化系统,该系统包括:

容纳溶剂的溶剂存储罐;

和存储罐相连且用于从溶剂中过滤水分的过滤器,该过滤器具有从存储罐中接收溶剂的入口和过滤溶剂返回存储罐所流经的出口,其中该系统是便携式的并且所具有的尺寸允许它匹配到气罩中,并且其中所述系统能够从溶剂中过滤出水分从而到达水分不大于 1ppm 的程度。

2. 如权利要求 1 所述的系统,其中过滤器是长度为大约 17 英寸、直径为大约 3 英寸的大致圆柱形过滤筒。

3. 如权利要求 1 所述的系统,还包括与存储罐相连、向存储罐提供惰性气体的惰性气体源。

4. 如权利要求 1 所述的系统,其中过滤器包括吸附剂。

5. 如权利要求 1 所述的系统,其中存储罐容纳大约 4 升溶剂。

6. 如权利要求 3 所述的系统,进一步包括控制惰性气体向存储罐流动的阀。

7. 如权利要求 6 所述的系统,进一步包括:

出口;

真空源;以及

和真空源、惰性气体源相连的第二阀,该阀用于控制从真空源提供的真空和惰性气体向出口的流动。

8. 如权利要求 1 所述的系统,进一步包括:

出口;

真空源;以及

和真空源、惰性气体源相连的阀,该阀用于控制从真空源提供的真空和惰性气体向出口的流动。

9. 如权利要求 1 所述的系统,进一步包括使溶剂在存储罐与过滤器之间反复地循环的泵。

10. 如权利要求 1 所述的系统,进一步包括:

第二溶剂存储罐,用于容纳第二溶剂;

和第二存储罐相连的第二过滤器,该第二过滤器用于从第二溶剂中过滤水分,该过滤器具有从第二存储罐中接收溶剂的入口和过滤溶剂从第二过滤器返回第二存储罐所流经的出口;以及

第二泵,促使第二溶剂从第二存储罐流向第二过滤器,其中上述泵和上述第二泵均由单一的电机驱动。

11. 一种溶剂净化系统,该系统包括:

容纳溶剂的溶剂存储罐;

和存储罐相连且用于从溶剂中过滤水分的过滤器,该过滤器具有从存储罐中接收溶剂的入口和过滤溶剂返回存储罐所流经的出口;以及

和存储罐相连且用于从溶剂中去除氧气的机构,其中该系统是便携式的,其中该系统所具有的尺寸允许它匹配到气罩中,并且其中所述系统能够从溶剂中过滤出水分从而到达水分不大于 1ppm 的程度。

12. 如权利要求 11 所述的系统,其中上述机构包括和存储罐相连的且用于从溶剂中去除氧气的第二过滤器。

13. 如权利要求 12 所述的系统,其中所述第二过滤器包括铜氧化铝催化剂。

14. 如权利要求 11 所述的系统,其中所述机构包括向在存储罐内的溶剂提供惰性气体的惰性气体源。

15. 如权利要求 11 所述的系统,进一步包括和存储罐相连的玻璃器皿制备机构,用于净化收集过滤溶剂样本的玻璃器皿。

16. 如权利要求 15 所述的系统,其中玻璃器皿制备机构包括:

短接管;

惰性气体源;

真空源;

和惰性气体源、真空源相连的阀,该阀用于控制惰性气体从惰性气体源以及真空从真空源向短接管的流动。

17. 如权利要求 15 所述的系统,其中过滤器是长度为大约 17 英寸、直径为大约 3 英寸的大致圆柱形过滤筒。

18. 如权利要求 15 所述的系统,其中过滤器包括铝-硅碱性金属。

19. 如权利要求 15 所述的系统,其中存储罐容纳大约 4 升溶剂。

20. 如权利要求 11 所述的系统,其中过滤器是长度为大约 17 英寸、直径为大约 3 英寸的大致圆柱形过滤筒。

21. 如权利要求 11 所述的系统,其中所述系统能够从溶剂中过滤出氧从而到达氧不大于 1ppm 的程度。

22. 如权利要求 11 所述的系统,进一步包括使溶剂在存储罐与过滤器之间反复地循环的泵。

溶剂净化系统及其方法

[0001] 本申请是国际申请日为 2006 年 3 月 3 日、国际申请号为 PCT/US2006/007637、中国国家申请号为 200680007133.5 的专利申请的分案申请。

技术领域

[0002] 本发明涉及一种溶剂净化系统和方法。例如，合成和有机金属化学需要非常高纯度的溶剂。尤其是，合成化学需要去除氧气和潮湿成分的溶剂。有机金属化学甚至需要对潮湿成分更高纯度的溶剂。换句话说，在使用之前，溶剂需要被“干燥”。

背景技术

[0003] 净化或“干燥”溶剂的传统方法就是热蒸馏。由于溶剂非常不稳定，所以热蒸馏就易于产生明火，从而导致爆炸。此外，将溶剂干燥也是效率非常低的方法。通常，蒸馏需要使用合适的干燥剂。常用的干燥剂可以是 Li, Na, K, CaH_2 和 LiAlH_4 。但是这些干燥剂反应比较激烈，因而它们都非常危险。很多年以来，溶剂热蒸馏发生过很多火灾和爆炸。化学家将热蒸馏定义为他们日常所操作程序中最危险的一项工作。而且，蒸馏装置的维护和干燥剂的淬火也都非常费力。

[0004] 另一种净化方法是利用所谓的“格鲁布斯 (Grubbs) 装置”，就是利用非常大的溶剂容器和氧化铝 / 催化剂对溶剂干燥和去氧，以达到所需的纯度标准，而不需要使用热或水反应干燥剂。这种格鲁布斯装置会占用大量实验室和研究空间。这样的系统使用容量为 15-20 升的较大溶剂存放筒和通常超过 30 英寸高且直径大于 3 英寸的净化塔或净化缸。使用多个净化塔时会将它们串联在一起。每一净化塔均包括一个可以从经由净化塔的溶剂中去除污染物的活性过滤介质。溶剂仅经由净化塔过滤一次。当溶剂到达最后一级净化塔时，溶剂被充分地过滤。

[0005] 上述桶形容器通常设在气罩之下并充满了溶剂，以排出所有有害溶剂烟雾。溶剂可以放在 4 升容器中。因此，可以使用多级容器来装满上述桶。溶剂还可以放在更大的容器中，例如 10 或 20 升容器中。这些容器通常很笨重。而且在气罩之下，还难于或不可能将这些容器排空到上述桶形容器中。

[0006] 另外，在使用之后，每一长净化塔必须更新，也就是从溶剂过滤出来的污染物必须从净化塔中去除掉。由于上述缸非常长，所以这种操作很困难。格鲁布斯系统的问题就是不便于携带，且因为尺寸而束缚在容纳该系统的空间内。

发明内容

[0007] 在一个示意性实施例中，提供一种便携式溶剂净化系统。该系统包括保持溶剂的溶剂存储罐以及和存储罐相连且用于从溶剂中过滤水分的过滤器。过滤器具有从存储罐中接收溶剂的入口和过滤溶剂返回存储罐所流经的出口。惰性气体源和存储罐相连，向存储罐提供惰性气体。在另一示意性实施例中，过滤器通常为长度为大约 17 英寸、直径为大约 3 英寸的圆柱形过滤筒。在另一示意性实施例中，过滤器包括铝-硅碱性金属或其他吸附剂。

在另一示意性实施例中,存储罐容纳大约 4 升溶剂。

[0008] 在另一示意性实施例中,上述系统还包括和惰性气体源相连的第一阀,用于控制惰性气体向存储罐的流动。在另一示意性实施例中,该系统包括出口、真空源以及和真空源、惰性气体源相连的第二阀,该阀用于控制向出口提供的真空和惰性气体流动。

[0009] 在另一示意性实施例中,该系统还包括促使溶剂从存储罐流向过滤器的泵。在另一示意性实施例中,该系统还包括第二溶剂存储罐以及和第二存储罐相连的第二过滤器,该第二过滤器用于从第二溶剂中过滤水分 (moisture)。第二过滤器具有从第二存储罐中接收溶剂的入口和过滤溶剂从第二过滤器返回第二存储罐所流经的出口。该系统还可以设有第二泵,促使第二溶剂从第二次存储罐流向第二过滤器。上述两个泵均由单一的电机驱动。

[0010] 在另一示意性实施例中,便携式溶剂净化系统包括:容纳溶剂的溶剂存储罐,和存储罐相连且用于从溶剂中过滤水分的过滤器,以及和存储罐相连且用于从溶剂中去除氧气的机构,上述过滤器具有从存储罐中接收溶剂的入口和过滤溶剂到存储罐所流经的出口。在一个示意性实施例中,上述机构包括和存储罐相连的且用于从溶剂中去除氧气的过滤器。该过滤器包括铜氧化铝催化剂。

[0011] 在另一示意性实施例中,上述系统进一步包括和存储罐相连的玻璃器皿制备机构,用于净化收集过滤溶剂样本的玻璃器皿。在一个示意性实施例中,玻璃器皿制备机构包括短接管,惰性气体源,真空源以及和惰性气体源、真空源相连的阀,该阀用于控制惰性气体和真空向短接管的流动。

[0012] 在另一示意性实施例中,过滤器通常为长度为大约 17 英寸、直径为大约 3 英寸的圆柱形过滤筒。过滤器包括铝-硅碱性金属或其他吸附剂。在另一示意性实施例中,存储罐容纳大约 4 升溶剂。

[0013] 在另一示意性实施例中,提供一种溶剂过滤的方法。该方法包括:设置容纳待过滤溶剂的存储罐,设置和存储罐相连的过滤器,反复将溶剂从存储罐供给过滤器,将溶剂过滤,从而去除水分并将过滤的溶剂返回到存储罐。该方法进一步包括从溶剂中去除氧气。在一个示意性实施例中,可以通过向存储罐中提供惰性气体并利用惰性气体净化存储罐来完成上述操作。在另一示意性实施例中,可以经由具有铜氧化铝催化剂的过滤器过滤上述溶剂来完成上述操作。

[0014] 上述存储罐和过滤器可以形成一个系统。该方法可以包括在第一位置处过滤批量溶剂,移动上述系统到不同于执行过滤的上述位置的第二位置,过滤另一批经由该系统的溶剂。而且,该方法可以包括将存储罐充满溶剂,同时该系统处于操作气罩之下。

[0015] 附图简述

[0016] 图 1A 是本发明中系统的示意性实例的前视图。

[0017] 图 1B 是本发明中系统的示意性实例的后视图。

[0018] 图 2A 和 2B 是图 1A 所示系统的示意性实施例的内部零件的前视图和后视图。

[0019] 图 3 是本发明中系统的示意性实施例的简图。

[0020] 图 4 是本发明中系统的另一示意性实施例的简图。

[0021] 优选实施例详述

[0022] 本发明提供了一种溶剂净化系统和方法。在一个示意性实施例中,该系统是一种便携式系统 10,如图 1A 所示。该示意性系统包括容量为 4 升稍微多一点的存储罐 12(最好

从图 2A 和 2B 中观察)。这是最佳的方案,因为大部分溶剂都是由 4 升容器供应的。该示意性系统还可以是模块化的。

[0023] 由电机驱动的磁力电阻泵等化学电阻泵 15(如图 2A 示意所示)可以经由循环泵连接管路 14a、14b 连接到上述系统中。过滤筒 16 经由快锁和快拆连接件 18a、18b 连接到上述容器中。在示意性实施例中,过滤筒大约为 12 英寸长且直径大约为 1 又 1/2 英寸。

[0024] 存储罐包括接收溶剂的入口 20。该系统还可以设有惰性气体喷射阀 22、真空/惰性气体选择阀 24 和抽样阀 26。在示意性实施例中,惰性气体喷射阀是一种双位阀,即开关阀。示意性惰性气体喷射阀是由 Swagelok 公司制造的双通阀。示意性实施例中的真空/惰性气体阀是一种可在真空、惰性气体和关闭位置之间选择的阀。示意性真空/惰性气体阀是由 Swagelok 公司制造的三通阀。示意性实施例中的抽样阀是由 Swagelok 公司制造的三通阀。

[0025] 如图 3 示意所示,溶剂经由管路 14a 从存储罐中流出并经由上述泵被泵送经由管路 14b 并通过过滤筒,返回存储罐 12。线路 14a 和 14b 均为循环泵连接管路。溶剂经由管路 14b、管路 13、过滤筒 16、管路 15 和 17,然后返回存储罐。该系统可以连续循环溶剂经由上述过滤筒,直到溶剂充分地净化水分止。在示意性实施例中,过滤筒由 UOP 公司制造的 **Molsiv®** 吸附剂式 13X 构成。Molsiv 吸附剂式 13X 是一种铝-硅碱性金属。也可以使用其他吸附剂作为过滤介质,例如 UOP 3A-PCG **Molsiv®** 吸附剂或 UOP A-201 活性氧化铝。

[0026] 此外,从过滤筒 16 经由管路 15,通过抽样阀 26,真空/惰性气体选择阀 24、惰性气体喷射阀 22、管路 36 并进入管路 14a 设有一条流路,旁通上述存储罐。

[0027] 如图 1B, 2A 和 2B 所示,该示意性系统还包括:和惰性气体喷射阀 22 相连的惰性气体入口 30、真空/惰性气体选择阀 24 以及和真空/惰性气体选择阀 24 相连的真空源入口 32。惰性气体入口 30 从图 2A 示意所示的惰性气体源 31 接收惰性气体。真空源入口 32 从图 2A 示意所示的真空源 33 接收真空。该示意性实施例系统被安装在图 1A 和 1B 所示的壳体 50 之内。

[0028] 在示意性实施例系统中,氧气通过喷射系统从溶剂中除去。将氮气等惰性气体通入到存储罐内的溶剂中,从而实施喷射操作。氮气在溶剂内形成泡沫,将氧气封装在溶剂内。这些泡沫上升到存储罐的顶部。为了利用示意性系统从溶剂中除去氧气,惰性气体喷射阀 22 被移动到喷射位置,使惰性气体从和惰性气体入口 30 相连的惰性气体源 31 处流经喷射阀 22,并进入在图 3 中由箭头 34 所示的存储罐底部,且通过图 2A 和 2B 所示的管路 36。在示意性实施例中,在喷射过程中,上述泵被关闭,因而氮气向上流入到存储罐中,而不是循环经由过滤筒 16。惰性气体形成可以封装氧气的泡沫。这些泡沫上升到存储罐 12 的顶部。喷射通风口 37 和存储罐的上端相连,使带有氧气的这些泡沫排出。在示意性实施例中,可以持续大约十到十五分钟,这取决于是否满意地从溶剂中去除氧气。换句话说,向存储罐供给惰性气体十五分钟,经由该喷射通风口,承载氧气的氮气泡沫就会被排出。

[0029] 在另一示意性实施例中,如图 4 所示,为了替代经由存储罐外部的管路 36 向存储罐底部提供惰性气体,可以经由管路 36a 提供惰性气体,该管路经由存储罐顶部进入存储罐 12,并延伸到存储罐 12 的下部。而且,示意性实施例系统可以设有开关 42 等切换机构,用于开闭泵 15,该泵从存储罐 12 将溶剂泵送到过滤筒 16 中。

[0030] 在另一示意性实施例中,为了替代惰性气体,另一具有铜氧化铝催化剂的筒用于

除掉氧气。这种过滤筒可以是 Engelhard 公司的 Q-5 过滤筒。在该实施例中,溶剂经由水分吸附剂过滤筒 16 且还经由除氧筒。这两个筒装置可以彼此串联。

[0031] 为了确定上述溶剂是否被充分净化,可以提取并检测该系统中的溶剂样本。该示意性实施例系统还可以包括细颈瓶等玻璃器皿和制备系统,该制备系统可以净化对收集溶剂样本进行测量的玻璃器皿,以便于玻璃器皿和收集样本保持整体性。玻璃器皿制备系统的短接管 40(图 1A 和 2A)和上述系统相连。尤其是,短接管 40 和惰性气体源 31 相连,并经由惰性气体 / 真空阀 24 和真空源 33 相连。短接管还可以经由抽样阀 26 连接在过滤筒 16(如图 2A 所示)或存储罐上。在示意性实施例中,容纳样本的玻璃器皿和短接管相匹配。随后,真空和惰性气体阀在惰性气体位置和真空位置之间循环。在该惰性气体位置处,可以使惰性气体进入玻璃器皿,在该真空位置,可以使带有惰性气体的玻璃器皿中的杂质通过和真空入口 32 相连的真空源所供给的真空去除掉。惰性气体清洁即净化玻璃器皿,真空有助于去除具有污染物的惰性气体。上述阀的循环可以手动地执行,或者在另一示意性实施例中,还可以利用任何合适的机构自动地执行。

[0032] 一旦制备好玻璃器皿即利用惰性气体和真空进行净化,真空 / 惰性气体阀 24 就被关闭,而抽样阀 26 打开,使溶剂从示意性实施例中的过滤筒(或者从另一示意性实施例中的存储罐,或者从和过滤筒或存储罐相连的另一管路)向下游流出,通过上述短接管流入玻璃器皿中。随后,该玻璃器皿被覆盖上净化盖或净化罩,样本被放入手套式操作箱中,在此处,玻璃器皿中的溶剂处于干净的环境中以备检测,用以确定溶剂中的杂质质量即溶剂的纯度。溶剂的纯度可以利用已知的方法来检测,例如 Karl Fisher 滴定法。

[0033] 在多次使用之后,可以根据需要很容易地更换过滤筒 12,利用快连和快拆配件 18a、18b 从系统中分开。随后,利用这些快连和快拆配件又可以容易地连接新的过滤筒。过滤筒 12 可以设计成一次性的。或者可以使用非一次性的过滤筒,在充分使用之后,放入合适的工厂进行更新或清洁。

[0034] 示意性实施例的一个优点就是可以模块化。举例来说,可以使用单独的电机来驱动多个系统。换句话说,单个的电机可以和泵头或循环泵相连,这些泵头或循环泵和多个系统的循环泵连接管路相连。这些连接管路可以利用快连和快拆配件来实现连接。

[0035] 如图所示,示意性实施例系统包括安装结构、溶剂存储罐、净化筒以及相连的阀门和泵。对于研究环境和小型生产环境,该系统的连接为模块化的,而且尺寸也是优化的。而且通过使用多个系统,即使大型生产环境也可以获得满意。如有需要,示意性系统还可以更加紧凑,以便于容易地运输到气罩位置。

[0036] 申请人坚信利用上述示意性系统就可以将溶剂净化到水分和氧气为 1ppm 或低于 1ppm 以下的程度。上述示意性系统的其他优点就是过滤筒更换不需要拆卸系统。希望过滤筒低价而又易于更换。根据需要,示意性系统还可以生产高纯度的溶剂。

[0037] 上述系统可以设有净化不同形式溶剂的循环或过滤次数或周期的推荐菜单。在其他的示意性实施例中,对于不同形式的溶剂,上述系统可以自动操作。关于这个方面,操作者可以按动按钮或从电子菜单选择特定的溶剂,上述系统去除氧气并将上述溶剂充分循环,以使所选的溶剂达到所需的净化程度。在其他的示意性实施例中,上述系统可以为不同溶剂提供不同净化程度的选择。

[0038] 示意性实施例系统可用于从溶剂中去除氧气和 / 或水分。在另一示意性实施例

中,流经过滤筒 16 和 / 或去氧筒的次序可以和上面描述的相反。

[0039] 上述示意性系统可以过滤溶剂,例如可以通过将溶剂循环经由合适的介质来“干燥”溶剂。通过多次将溶剂经由过滤介质循环,就可以使带有过滤介质的上述示意性实施例系统的尺寸得以最小化。

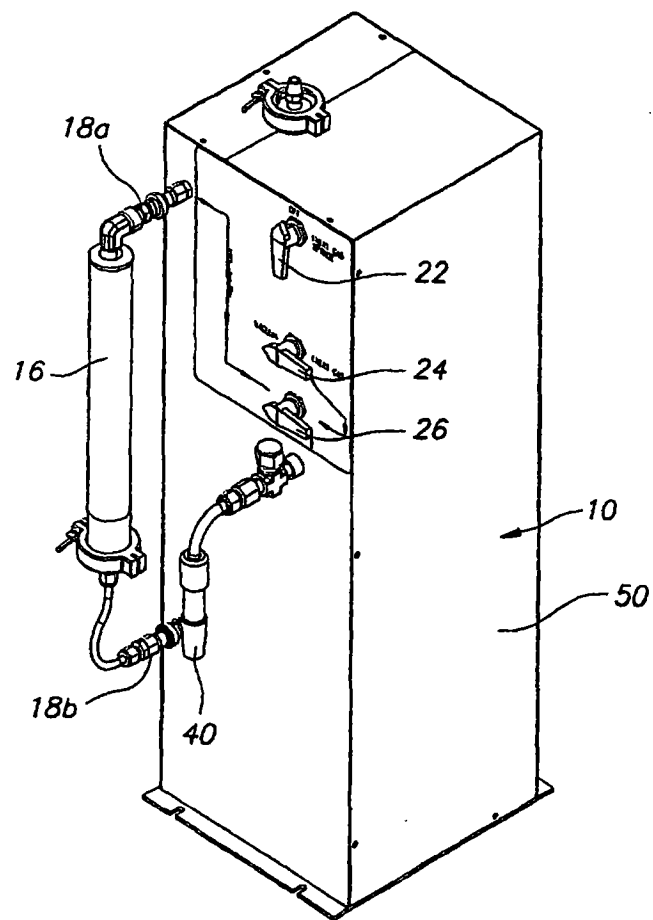


图 1A

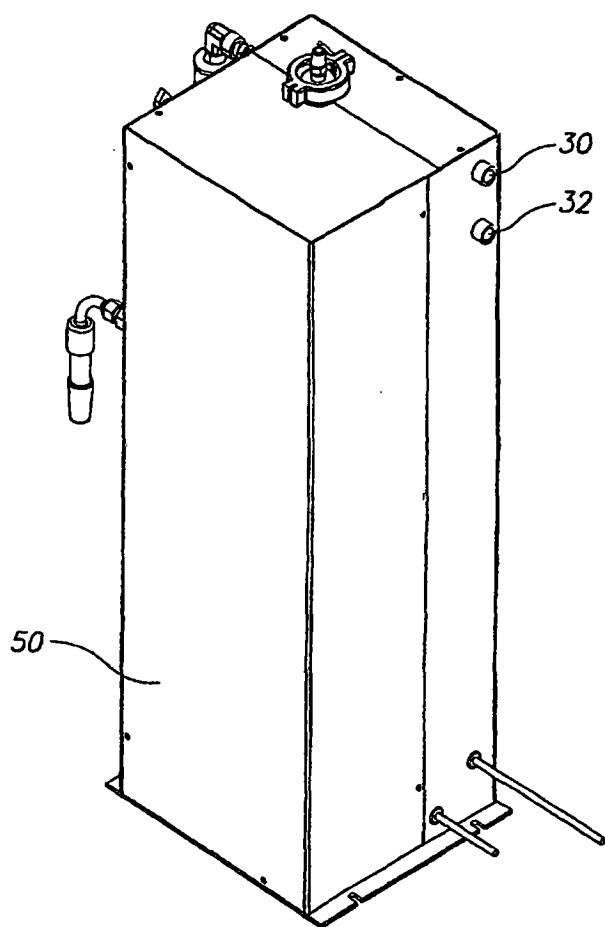


图 1B

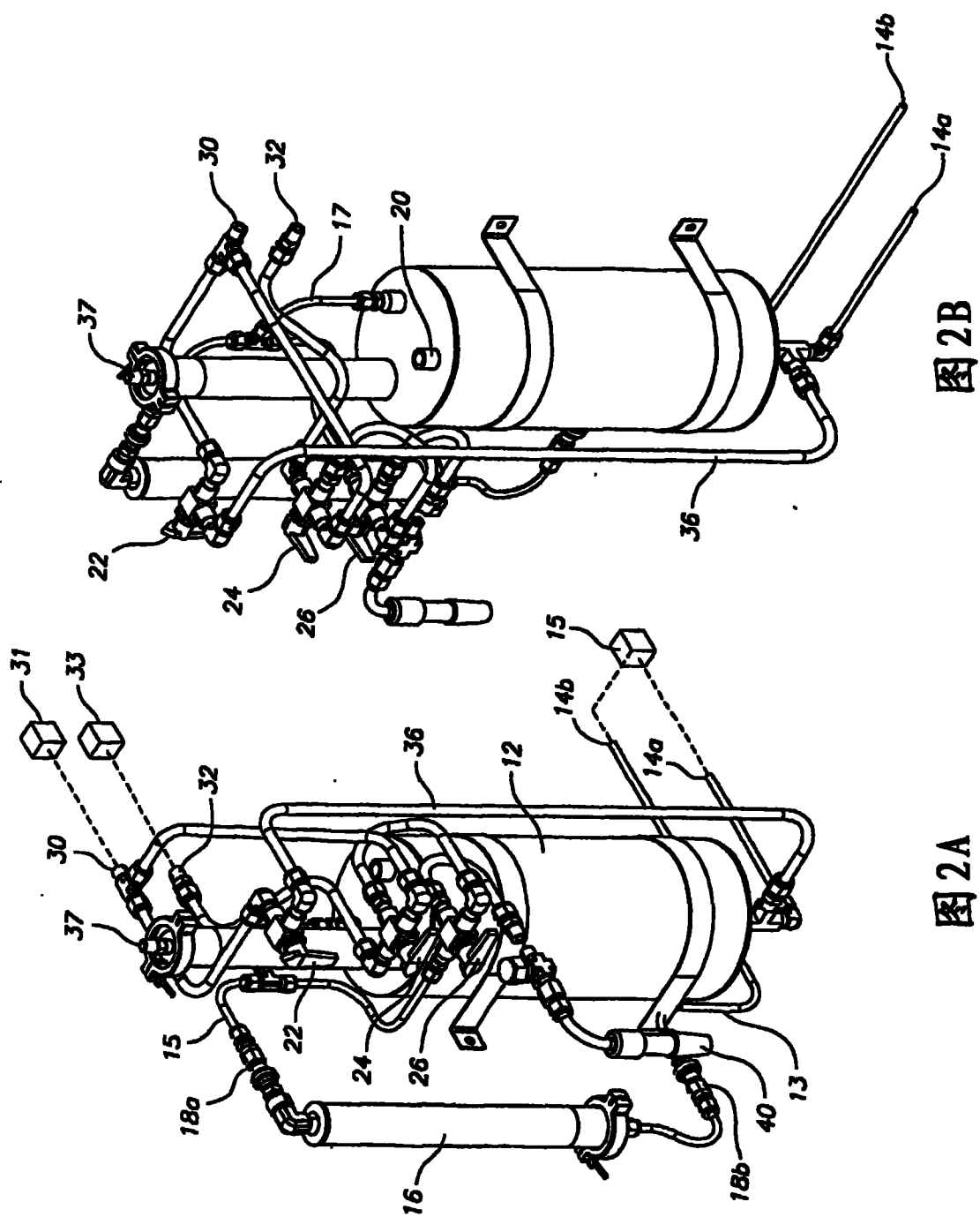


图 2A

图 2B

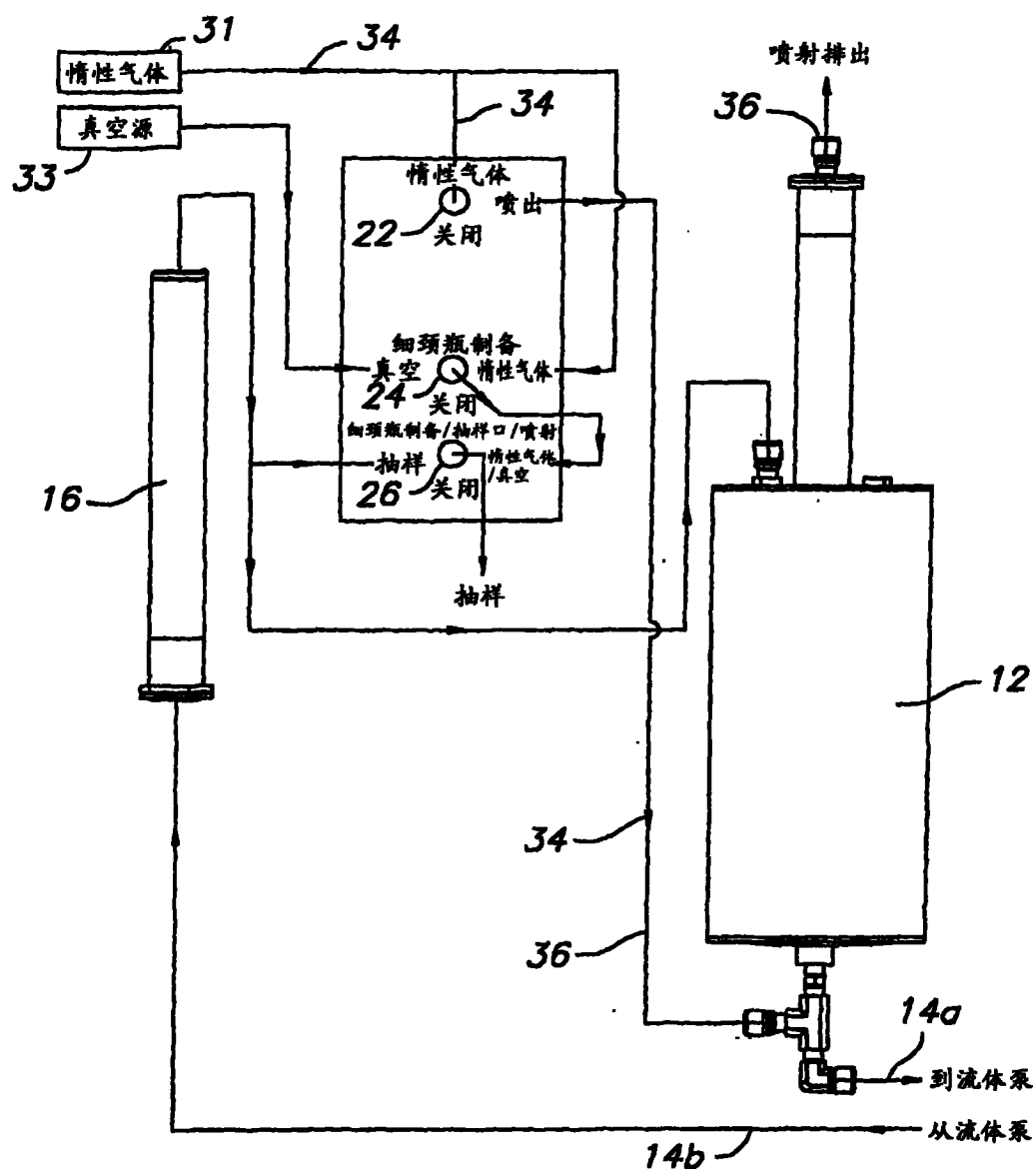


图 3

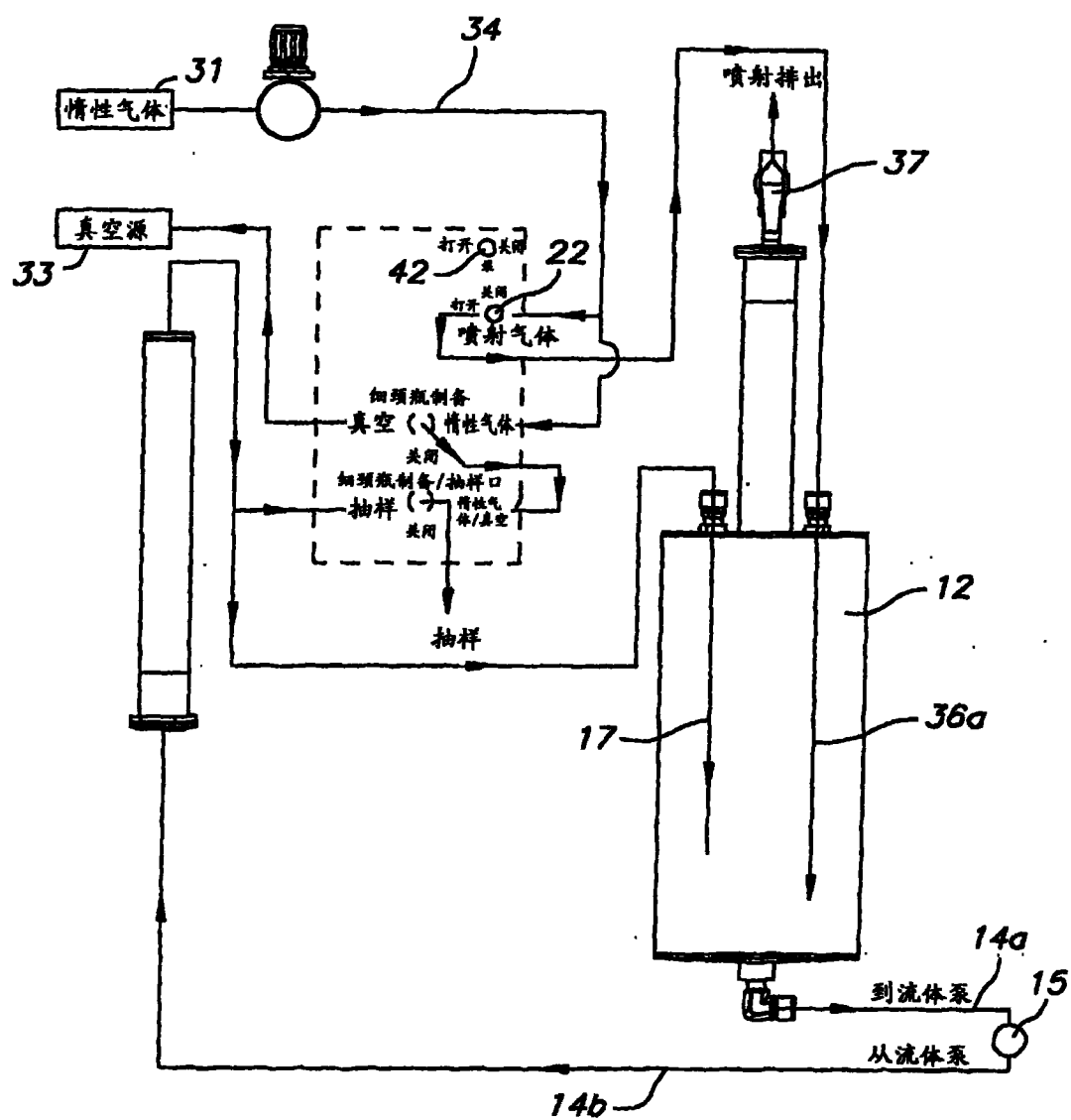


图 4