



# (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114702397 A

(43) 申请公布日 2022. 07. 05

(21) 申请号 202210462856.5

(22) 申请日 2022.04.28

(71) 申请人 北京化工大学

地址 100029 北京市朝阳区北三环东路15号

(72) 发明人 童华 岳彩晨 王京刚

(51) Int. Cl.

C07C 213/08 (2006.01)

C07C 213/02 (2006.01)

C07C 215/14 (2006.01)

B01D 53/62 (2006.01)

B01D 53/78 (2006.01)

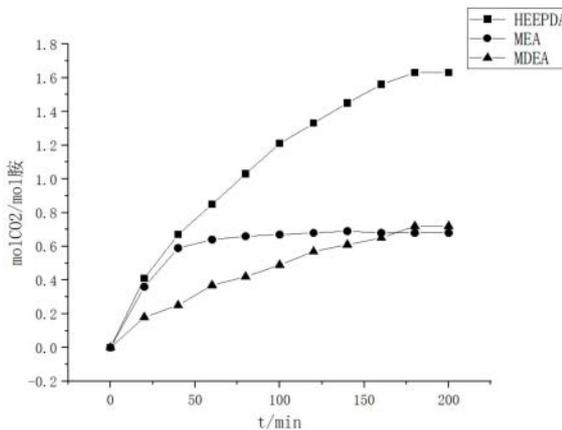
权利要求书1页 说明书4页 附图3页

## (54) 发明名称

一种二氧化碳吸收剂的合成方法及其应用

## (57) 摘要

本发明公开了一种二氧化碳吸收剂的合成方法及其应用。该二氧化碳吸收剂是2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇。其制备方法是以乙醇胺和丙烯腈为原料,低温反应一段时间,然后短暂加热反应,蒸出未反应物,再加入还原剂反应可获得2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇,收率75%-80%。2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇用作二氧化碳吸收剂,是将其配置成浓度0.5mol/L-3mol/L的水溶液,在10°C-80°C吸收二氧化碳,在80°C-120°C解吸二氧化碳;被吸收二氧化碳的体积分数可以为0%-99%;与现有常见的胺类二氧化碳吸收剂相比,本发明提出的2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇吸收二氧化碳的性能要优异,体现在具有较大的吸收容量,较快的吸收速率、解吸速率和较高的循环解吸容量,以及较低的再生能耗。



1. 一种二氧化碳吸收剂的合成方法及其应用,所述的吸收剂是2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇,该合成方法,其特征在于:

(1) 以丙烯腈与乙醇胺为起始原料在一定温度下搅拌反应一段时间;反应完成后,将混合物加热;于100℃-120℃负压蒸出未反应物,得到3-[乙基(2-羟乙基)氨基]丙腈;

(2) 将催化剂与3-[乙基(2-羟乙基)氨基]丙腈分别溶于溶剂,低温下滴加3-[乙基(2-羟乙基)氨基]丙腈到催化剂溶液中,反应一段时间后淬灭反应,蒸出溶剂,得到2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇。

2. 根据权利要求1所述的2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇的合成方法,其特征在于,所述步骤(1)丙烯腈与乙醇胺的摩尔比是1.1-1.5;所述步骤(2)中催化剂与3-[乙基(2-羟乙基)氨基]丙腈的摩尔比是1.5-3。

3. 根据权利要求1所述的2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇的合成方法,其特征在于,所述步骤(1)乙醇胺和丙烯腈反应时间为3h-6h;所述步骤(2)催化剂与3-[乙基(2-羟乙基)氨基]丙腈反应时间为1-3h,优选2h。

4. 根据权利要求1所述的2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇的合成方法,其特征在于,所述步骤(1)中乙醇胺和丙烯腈反应温度为20℃-35℃;所述步骤(1)中3-[乙基(2-羟乙基)氨基]丙腈反应温度为60℃-90℃;所述步骤(2)中的低温为0℃-5℃。

5. 根据权利要求1所述的2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇的合成方法,其特征在于,所述步骤(2)中催化剂为硼氢化钠、氢化铝锂、硼烷络合物,优选氢化铝锂。

6. 根据权利要求1所述的2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇的合成方法,其特征在于,所述步骤(2)中溶剂为四氢呋喃、乙醚、乙酸乙酯,优选四氢呋喃。

7. 根据权利要求1所述应用,其特征在于,所述二氧化碳吸收液中2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇的浓度0.5mol/L-3mol/L,优选2mol/L。

8. 根据权利要求1所述应用,其特征在于,所述二氧化碳吸收液的吸收温度为10℃-80℃;所述二氧化碳吸收剂的再生温度为80℃-120℃。

9. 根据权利要求1所述应用,其特征在于,被吸收的气体压力为0.1-3MPa;所述气体中二氧化碳的体积分数为0%-99%。

## 一种二氧化碳吸收剂的合成方法及其应用

### 技术领域

[0001] 本发明涉及二氧化碳控制与减排领域,具体涉及2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇的合成方法及其作为二氧化碳吸收剂方面的应用。

### 背景技术

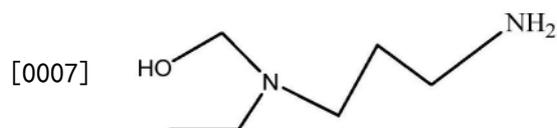
[0002] 随着人类社会的不断发展、现代工业脚步的加快,人们大量开采矿业,燃烧物和汽车尾气排放物迅速增加,因此造成大气中的二氧化碳的含量暴涨,地球大气层的厚度增加,导致了全球变暖等一系列的环境问题。而二氧化碳作为潜在的化学资源,如何高效的捕获并储存,已经变为了一项非常重要的国际性研究课题。在二氧化碳的吸收方法中,应用最多的是化学吸收法,采用具有化学活性的吸收剂对气体进行洗涤,二氧化碳和吸收剂发生化学反应生成介稳化合物,然后在一定条件下使生成物分解并释放二氧化碳,解吸后的溶液再循环使用。化学吸收法经历了从热钾碱法、苯菲尔法到有机胺法的发展历程,处理水平也在逐渐升高。

[0003] 有机胺法吸收二氧化碳是目前研究的热点问题,因为这种方法具有吸收量大、吸收效果好、吸收速率快、吸收剂可以回收利用等特点。

[0004] 但是目前用于CO<sub>2</sub>捕获的有机胺溶剂存在一些缺点,例如,伯胺(MEA)、仲胺(DEA)在CO<sub>2</sub>吸收过程中具有较快的反应速率,但是在解吸过程中却需要消耗较大的能量去释放所吸收的CO<sub>2</sub>,同时也意味着有较大的溶剂挥发量,造成更高的再生成本;且CO<sub>2</sub>被吸收后生成的氨基甲酸盐腐蚀性较强,易对设备造成伤害。叔胺类吸收剂(如N-甲基二乙醇胺,MDEA)在CO<sub>2</sub>解吸过程中相比伯、仲胺需要较小的能量消耗,但是其在CO<sub>2</sub>吸收过程中的反应速率相比伯、仲胺要低很多,需要加入某些添加剂才能提高其吸收速率。因此,现有的有机胺并不能很好的满足工业化高速率、高容量以及低能耗的要求。

[0005] 因此,开发高速率、高容量和低能耗的新型吸收剂是二氧化碳捕获领域发展的新趋势。

[0006] 2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇结构式为:



[0008] 目前该化合物主要应用于医药中间体。本发明提供了其作为CO<sub>2</sub>吸收剂的用途以及提供了一种2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇的合成方法,与现有的吸收溶剂相比,2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇吸收性能优于现有的、常用的吸收溶剂如乙醇胺(MEA)、N-甲基二乙醇胺(MDEA),具有较快的吸收速率,较大的吸收容量,和较低的再生能耗。

### 发明内容

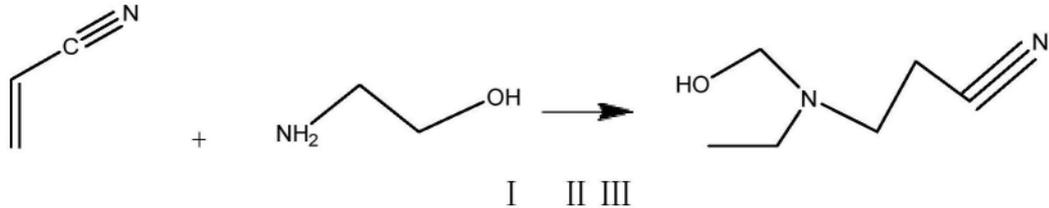
[0009] 本发明的技术方案一是:

[0010] 一种2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇的合成方法,包括:

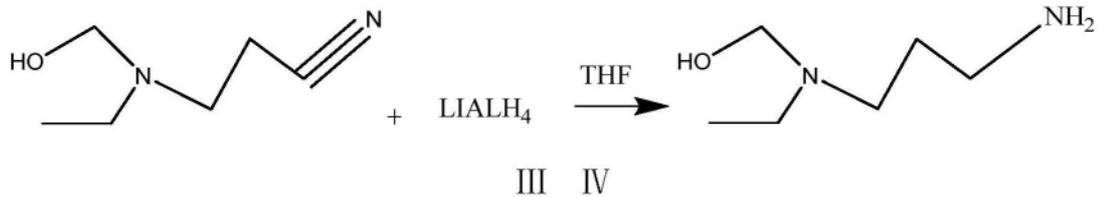
[0011] (1) 丙烯腈(化合物I)与乙醇胺(化合物II)一定温度下搅拌反应一段时间;反应完成后,将混合物短暂加热;然后于100°C-120°C真空蒸馏出未反应物,得到3-[乙基(2-羟乙基)氨基]丙腈(化合物III);

[0012] (2) 将催化剂与3-[乙基(2-羟乙基)氨基]丙腈分别溶于溶剂,低温下缓慢滴加3-[乙基(2-羟乙基)氨基]丙腈到催化剂溶液中反应1.5-3h,反应完成后淬灭反应,蒸出溶剂,得到2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇(化合物IV)。

[0013] 合成路线如下:



[0014]



[0015] 所述步骤(1)中丙烯腈与乙醇胺的摩尔比优选1.1-1.5,更优选为1.3。

[0016] 所述步骤(1)中乙醇胺和丙烯腈反应时间为3h-6h,优选5h。

[0017] 所述步骤(1)中3-[乙基(2-羟乙基)氨基]丙腈反应温度优选为60°C-90°C,更优选70°C-80°C。

[0018] 所述步骤(2)中催化剂与3-[乙基(2-羟乙基)氨基]丙腈的摩尔比是1.5-3,更优选为2。

[0019] 所述步骤(2)中所用催化剂优选硼氢化钠、氢化铝锂、硼烷络合物,更优选氢化铝锂。

[0020] 所述步骤(2)中氢化铝锂与3-[乙基(2-羟乙基)氨基]丙腈反应时间为1-3h,优选2h。

[0021] 所述步骤(2)中所用溶剂优选四氢呋喃、乙醚、乙酸乙酯,更优选四氢呋喃。

[0022] 所述步骤(2)中的低温为0°C-5°C。

[0023] 本发明的技术方案二是

[0024] 一种2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇作为二氧化碳吸收剂的应用:

[0025] 所述2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇作为二氧化碳吸收剂方面的应用,其方法是将2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇配制0.5mol/L-3mol/L的水溶液作为二氧化碳吸收液,优选2mol/L;并控制二氧化碳吸收液的吸收温度为100°C-80°C,优选30°C-60°C;被吸收的气体压力为0.1-3MPa;所述气体中二氧化碳的体积分数为0%-99%,优选10%-30%;所述吸收剂的再生温度为80°C-120°C,优选90°C-100°C。

[0026] 本发明的优势在于:提供了一种合成2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇的简单路线。且2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇作为二氧化碳吸收剂,其结构中具有一个叔胺和一个伯胺,分子内的叔胺可以促进伯胺更快、更多的吸收二氧化碳,且侧链羟基的存在,使

其配置成水溶液时传质效率更好。如图1所示,2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇(HEEPDA)相对于乙醇胺(MEA)和N-甲基二乙醇胺(MDEA)具有较大的CO<sub>2</sub>吸收容量和较快的吸收速率;如图2所示,通过对三者最大、最低负载量的对比,可以看到2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇具有较高的循环容量;而通过图3可以看到,2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇在经历6次再生循环后,吸收CO<sub>2</sub>的量相对稳定,说明其有较强的稳定性。

### 附图说明

[0027] 图1是乙醇胺(MEA)、N-甲基二乙醇胺(MDEA)、和2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇(HEEPDA)吸收剂CO<sub>2</sub>吸收负荷性能的对比曲线。

[0028] 图2是MEA、MDEA和2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇(HEEPDA)吸收剂最大、最低负载量的对比图。

[0029] 图3是MEA、MDEA和2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇(HEEPDA)吸收剂的再生量的对比图。

### 具体实施方式

#### [0030] 实施例1

[0031] 取丙烯腈47g,在90min中逐滴滴加到50g乙醇胺中,控制反应温度为20℃,滴加完成后搅拌反应3h,反应完成后将反应混合物转移至水浴中,60℃下加热30min,110℃减压蒸干未反应物,得到3-[乙基(2-羟乙基)氨基]丙腈。冰浴、N<sub>2</sub>保护下将1.1g硼氢化钠溶于25ml四氢呋喃溶液中,;取2ml3-[乙基(2-羟乙基)氨基]丙腈,用20ml四氢呋喃溶解,缓慢滴加至硼氢化钠的溶液中,滴加完成后0℃反应2h。反应完成后,用浓盐酸来水解并转移至干净的烧杯中,然后过滤,用四氢呋喃溶液涮洗,减压蒸干溶剂,得到2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇,收率50%。

#### [0032] 实施例2

[0033] 取丙烯腈47g,在90min中逐滴滴加到50g乙醇胺中,控制反应温度为20℃,滴加完成后搅拌反应3h,反应完成后将反应混合物转移至水浴中,80℃下加热30min,110℃减压蒸干未反应物,得到3-[乙基(2-羟乙基)氨基]丙腈。冰浴、N<sub>2</sub>保护下将1.1g氢化铝锂溶于22ml四氢呋喃溶液中;取2ml3-[乙基(2-羟乙基)氨基]丙腈,用20ml四氢呋喃溶解,缓慢滴加至氢化铝锂的溶液中,滴加完成后0℃反应2h。反应完成后,先将1.1g去离子水缓慢滴加到反应溶液中,滴加去离子水10min后滴加1.1g的15%NaOH溶液淬灭反应,然后过滤,减压蒸干溶剂,得到2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇,收率70%。

#### [0034] 实施例3

[0035] 取丙烯腈56.5g,在90min中逐滴滴加到50g乙醇胺中,控制反应温度为30℃,滴加完成后搅拌反应5h,反应完成后将反应混合物转移至水浴中,80℃下加热30min,110℃减压蒸干未反应物,得到3-[乙基(2-羟乙基)氨基]丙腈。冰浴、N<sub>2</sub>保护下将1.1g氢化铝锂溶于22ml四氢呋喃溶液中;取2ml3-[乙基(2-羟乙基)氨基]丙腈,用20ml四氢呋喃溶解,缓慢滴加至氢化铝锂的溶液中,滴加完成后5℃反应2h。反应完成后,先将1.1g去离子水缓慢滴加到反应溶液中,滴加去离子水10min后滴加1.1g的15%NaOH溶液淬灭反应,然后过滤,减压蒸干溶剂,得到2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇,收率80%。

[0036] 实施例4:吸收容量考察

[0037] 将2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇配制成2mol/l的水溶液作为二氧化碳吸收剂,在常压0.1MPa条件下,控制CO<sub>2</sub>体积分数为10%,测得2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇的吸收量随时间的变化。结果显示,相较于其他两种二氧化碳吸收剂,2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇有最大的吸收容量。如如图1所示。

[0038] 实施例5:最大和最低负载量

[0039] 将2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇配制成2mol/l的水溶液作为二氧化碳吸收剂,在常压0.1MPa条件下,控制CO<sub>2</sub>体积分数为10%,50℃达到吸收饱和后测得最大负载量;90℃解吸完成后测得最低负载量。结果显示,相较于其他两种二氧化碳吸收剂,2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇具有最大的活性吸收容量。如图2所示。

[0040] 实施例6:循环容量

[0041] 将2-((3-氨基丙基)(乙基)氨基)乙醇配制成2mol/l的水溶液作为二氧化碳吸收剂,在常压0.1MPa条件下,控制CO<sub>2</sub>体积分数为10%,吸收饱和后,测得负载量,90℃解吸2h后,再进行吸收,重复多次后,性能未见衰减。如图3所示。

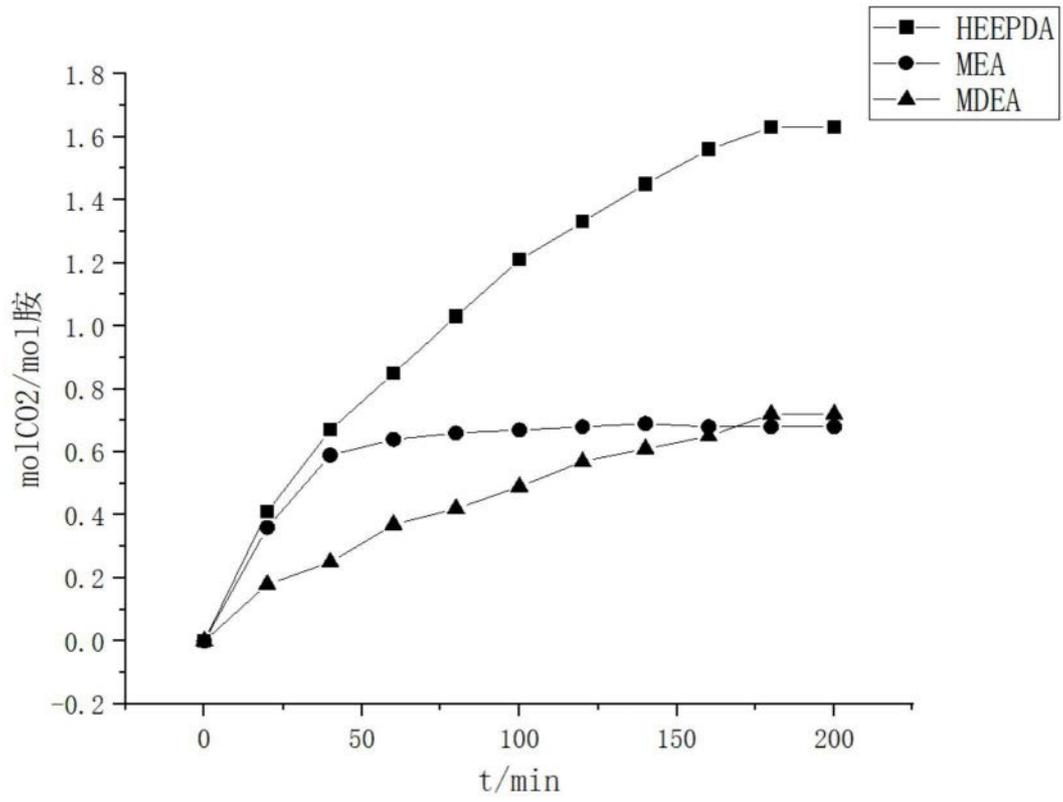


图1

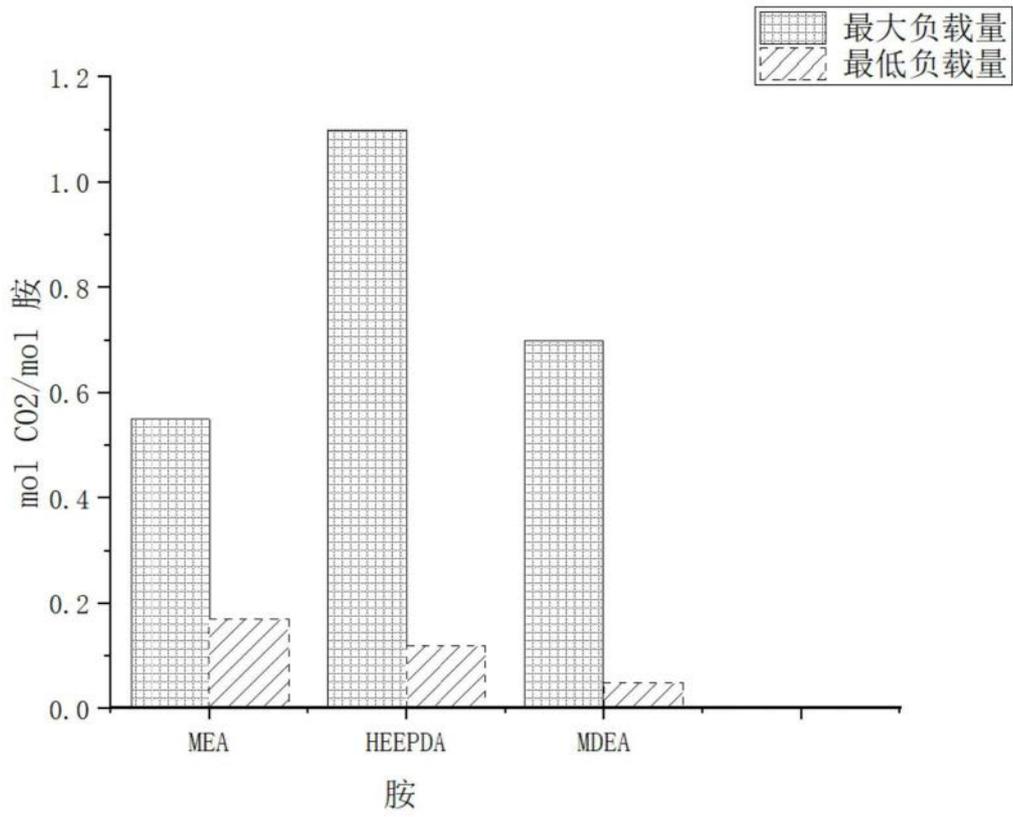


图2

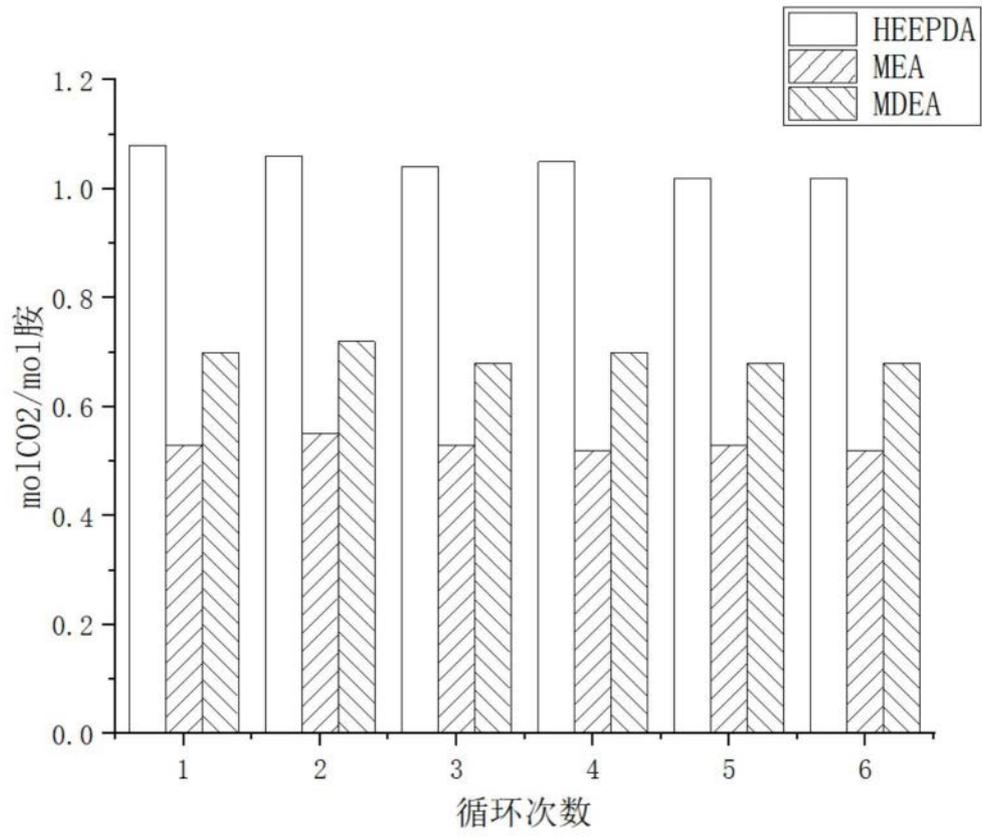


图3