



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114315519 A

(43) 申请公布日 2022. 04. 12

(21) 申请号 202011029823.9

(22) 申请日 2020.09.27

(71) 申请人 太仓沪试试剂有限公司

地址 215422 江苏省苏州市太仓市沙溪镇
陶湾村

(72) 发明人 王伟 王永旗 吕明 李定发

(74) 专利代理机构 上海梵恒知识产权代理事务
所(普通合伙) 31357

代理人 王裕

(51) Int. Cl.

C07C 29/74 (2006.01)

C07C 29/76 (2006.01)

C07C 29/80 (2006.01)

C07C 29/88 (2006.01)

C07C 31/04 (2006.01)

权利要求书1页 说明书2页

(54) 发明名称

一种高纯有机溶剂甲醇的纯化方法

(57) 摘要

本发明公开的一种高纯有机溶剂甲醇的纯化方法,其步骤是:(1)除杂:将原料的纯度为90%的甲醇原料通过纳米硅吸附除去杂质得到精制甲醇;(2)将步骤(1)得到的精制甲醇氧化打入反应釜,加入氧化剂及硫酸,回流2h~4h,蒸出甲醇;(3)还原精馏:将蒸出的甲醇打入还原精馏釜,加入还原剂进行还原精馏,利用导热油加热,控制导热油温度100℃~200℃,精馏釜中甲醇液体温度70℃~78℃,顶部温度64℃~67℃,控制回流比10:4~5,除去初馏分,馏出液过滤,即得到高纯甲醇成品。发明使用含量为90%的甲醇为原料,降低了原料成本。

1. 一种高纯有机溶剂甲醇的纯化方法,其特征在于,其步骤是:

(1) 除杂:将原料的纯度为90%的甲醇原料通过纳米硅吸附除去杂质得到精制甲醇;

(2) 将步骤(1)得到的精制甲醇氧化打入反应釜,加入过氧化氢或高锰酸钾及硫酸,所加入氧化剂的量为甲醇原料质量的0.5~1.0%,所加入硫酸的量为甲醇原料质量0.1~0.4%的,回流2h~4h,蒸出甲醇;

(3) 还原精馏:将蒸出的甲醇打入还原精馏釜,加入还原剂氢化钙,还原剂的量为甲醇质量的0.2~0.8%,进行还原精馏,利用导热油加热,控制导热油温度100℃~200℃,精馏釜中甲醇液体温度70℃~78℃,顶部温度64℃~67℃,控制回流比10:4~5,除去初馏分,馏出液过滤,即得到高纯甲醇成品。

一种高纯有机溶剂甲醇的纯化方法

技术领域

[0001] 本发明属于化学试剂领域,涉及一种高纯有机溶剂的提纯制备方法,尤其是科研用高纯有机溶剂甲醇的纯化方法。

背景技术

[0002] 制备农残级、梯度洗脱级色谱甲醇的方法在国内报导很少。农残试剂是在农药残留检测中使用的高纯度试剂,其纯度要求比普通的色谱纯试剂更高。由于农产品的生产对农药的严重依赖,导致农产品中的农药残留超标,影响了消费者的食用安全以及农产品的对外贸易。为此,国家加大了农药残留检测的力度,增加了农药的检测种类,提高了检测精确度。因此,对农产品中农药残留量及时、准确的检测是杜绝农产品中农药残留超标的关键一环。

[0003] 目前,我国的农残级和梯度洗脱级试剂主要依靠进口,对这一领域的研究工作刻不容缓。因此,研究农残级、梯度洗脱级色谱甲醇试剂的制备及纯化方法具有重要意义。

[0004] 为此,中国专利申请公布号CN101570467A公开一种科研用高纯有机溶剂甲醇的纯化方法,步骤是:氧化、还原精馏、过滤得到高纯甲醇成品。本发明以含量为99.5%的甲醇为原料,利用杂质性质上的差别,将其中含有少量不饱和烃及醇类杂质经过氧化、还原精馏除去杂质进而纯化,可获得纯度大于99.9%的农残级、梯度洗脱级色谱甲醇产品,收率大于95%,获得大于90%的农残级、梯度洗脱级的色谱纯甲醇。但是该专利申请须与高浓度的甲醇为原料,成本昂贵。

发明内容

[0005] 本发明的目的是克服现有技术的不足之处,提供一种原料成本低、工艺简单、收率高、产品纯度高的高纯有机溶剂甲醇的纯化方法。

[0006] 本发明的目的是通过以下技术方案实现的:

一种高纯有机溶剂甲醇的纯化方法,步骤是:

- (1) 除杂:将原料的纯度为90%的甲醇原料通过纳米硅吸附除去杂质得到精制甲醇;
- (2) 将步骤(1)得到的精制甲醇氧化打入反应釜,加入过氧化氢或高锰酸钾及硫酸,所加入氧化剂的量为甲醇原料质量的0.5~1.0%,所加入硫酸的量为甲醇原料质量0.1~0.4%的,回流2h~4h,蒸出甲醇;
- (3) 还原精馏:将蒸出的甲醇打入还原精馏釜,加入还原剂氢化钙,还原剂的量为甲醇质量的0.2~0.8%,进行还原精馏,利用导热油加热,控制导热油温度100℃~200℃,精馏釜中甲醇液体温度70℃~78℃,顶部温度64℃~67℃,控制回流比10:4~5,除去初馏分,馏出液过滤,即得到高纯甲醇成品。

[0007] 本发明的优点和积极效果是:

- 1、本发明以含量为90%的甲醇为原料,首先采用纳米硅吸附杂质和水得到精制甲醇,然后利用精制甲醇杂质性质上的差别,将其中含有少量不饱和烃及醇类杂质经过氧化还原

除去,再进行精馏纯化,即可获得纯度大于99.9%的色谱甲醇产品,收率大于95%,由此可获得大于90%的农残级、梯度洗脱级色谱甲醇产品。本发明使用含量为90%的甲醇为原料,降低了原料成本。

[0008] 2、本发明采用过氧化氢或高锰酸钾作为氧化剂、氢化钙作为还原剂,进行氧化还原反应,采用蒸馏及精馏工艺对甲醇进行纯化,具有产品纯度高、操作简便、运行稳定、适于规模生产等优点。

具体实施方式

[0009] 下面结合实施例,对本发明进一步说明,下述实施例是说明性的,不是限定性的,不能以下述实施例来限定本发明的保护范围。

[0010] 以下实施例所采用的纳米硅是采用CN201410306486.1公开的一种用稻壳生产纳米硅的方法所制备的。

[0011] 实施例1:

一种高纯有机溶剂甲醇的纯化方法,纯化的步骤是:

(1) 除杂:将原料的纯度为90%的甲醇原料15kg通过纳米硅吸附除去杂质得到精制甲醇;

(2) 氧化:将步骤(1)制备的精制甲醇打入20L氧化釜,加入氧化剂过氧化氢75g、酸性介质硫酸15g,回流4h,迅速蒸出氧化后的甲醇;

(3) 还原精馏:将氧化后的甲醇打入还原釜,加入还原剂氢化钙30g,进行还原精馏。用导热油加热,控制导热油温度100℃~150℃、精馏釜中甲醇液体温度70℃~78℃,顶部温度64℃~67℃,控制回流比10:4~5(全部显示在仪表控制箱上),适当控制精馏温度和调节回流比,可以控制甲醇出液的水分。除去初馏分,检验合格后馏出液用0.45μmPVDF微孔滤膜过滤,得到高纯甲醇成品,装瓶,充氮气保存。

[0012] 实施例2:

一种高纯有机溶剂甲醇的纯化方法,纯化的步骤是:

(1) 除杂:将原料的纯度为90%的甲醇原料10kg通过纳米硅吸附除去杂质得到精制甲醇;

(2) 氧化:将含量为99.5%原料色谱甲醇10kg打入20L氧化釜,加入氧化剂高锰酸钾100g、酸性介质硫酸4.5g,回流4h,迅速蒸出氧化后的甲醇;

(3) 还原精馏:将氧化后的甲醇打入还原精馏釜,加入还原剂氢化钙80g,进行还原精馏,利用导热油加热,控制导热油温度150℃~200℃,精馏釜中甲醇液体温度70℃~78℃,顶部温度64℃~67℃,控制回流比10:4~5(全部显示在仪表控制箱上)。适当控制精馏温度和调节回流比,可以控制甲醇出液的水分。除去初馏分,检验合格后馏出液用0.45μmPVDF微孔滤膜过滤,即得到高纯甲醇成品,装瓶,充氮气保存。