



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104592169 A

(43) 申请公布日 2015. 05. 06

(21) 申请号 201510028024. 2

(22) 申请日 2015. 01. 21

(71) 申请人 吴俊荣

地址 545005 广西壮族自治区柳州市柳南区
城站路 94 号一区 18 栋 2 单元 401 号

(72) 发明人 吴俊荣

(74) 专利代理机构 柳州市集智专利商标事务所
45102

代理人 王又旺

(51) Int. Cl.

C07D 303/42(2006. 01)

C07D 301/12(2006. 01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

以地沟油为原料制备环氧脂肪酸甲酯的方法

(57) 摘要

本发明公开一种以地沟油为原料制备环氧脂肪酸甲酯的方法,属于化工产品制备技术领域。它包括先将待处理地沟油制成地沟油预处理液,添加浓硫酸,搅拌加热,滴加甲醇,恒温搅拌,静置分层,取上层液体,得到粗脂肪酸甲酯,放入精馏塔中,精馏得到精制的脂肪酸甲酯;将脂肪酸甲酯放入反应釜中,并添加水杨酸和磁性固体酸催化剂,升温再添加双氧水和浓硫酸,搅拌静置分层,取上层液体,得到粗环氧脂肪酸甲酯;将粗环氧脂肪酸甲酯进行精馏,得到精制的环氧脂肪酸甲酯。本发明采用地沟油作为主要原料,从而代替传统直接采用脂肪酸甲酯作为制备原料的方案,不仅可使地沟油得到充分的利用,还可大幅度成品环氧脂肪酸甲酯的生产成本。

1. 一种以地沟油为原料制备环氧脂肪酸甲酯的方法,其特征在于包括以下步骤:

A、除去待处理地沟油中含有的固体物质,然后加热至 70℃~80℃,并通过纳米超频震动膜组过滤,接着再添加占所述地沟油预处理清液质量 0.04%~0.5% 的聚丙烯酰胺,搅拌 10 分钟~15 分钟,再在温度为 180℃~200℃,压力为 2.0MPa~2.5MPa 的条件下水解 4 小时~6 小时,得到地沟油预处理液;

B、将 A 步骤制得的地沟油预处理液放入搅拌器中,在搅拌状况下向其中添加占所述地沟油预处理液质量 0.5%~0.8% 的浓硫酸,搅拌均匀,加热至 65℃~75℃,滴加占所述地沟油预处理液质量 8%~11% 的甲醇,恒温搅拌 8 小时~12 小时,然后静置分层,取上层液体,得到粗脂肪酸甲酯;

C、将 B 步骤制得的粗脂肪酸甲酯放入精馏塔中,在温度为 200℃~220℃,压力为 0MPa~0.001MPa 的条件下精馏,得到精制的脂肪酸甲酯;

D、按重量份计,将 100 份 C 步骤制得的精制的脂肪酸甲酯放入反应釜中,并添加 45 份~50 份水杨酸和 0.2 份~1 份磁性固体酸催化剂,搅拌均匀,然后再升温至 80℃~85℃,并添加 20 份~25 份双氧水和 1 份~5 份浓硫酸,搅拌 4 小时~6 小时,最后静置分层,取上层液体,得到粗环氧脂肪酸甲酯;

E、将 D 步骤制得的粗环氧脂肪酸甲酯进行精馏,得到精制的环氧脂肪酸甲酯。

2. 根据权利要求 1 所述的以地沟油为原料制备环氧脂肪酸甲酯的方法,其特征在于:所述 D 步骤中脂肪酸甲酯 100 份、水杨酸 45 份、磁性固体酸催化剂 1 份、双氧水 25 份以及浓硫酸 1 份。

3. 根据权利要求 1 所述的以地沟油为原料制备环氧脂肪酸甲酯的方法,其特征在于:所述 D 步骤中脂肪酸甲酯 100 份、水杨酸 50 份、磁性固体酸催化剂 0.2 份、双氧水 22 份以及浓硫酸 3 份。

4. 根据权利要求 1 所述的以地沟油为原料制备环氧脂肪酸甲酯的方法,其特征在于:所述 D 步骤中脂肪酸甲酯 100 份、水杨酸 47 份、磁性固体酸催化剂 0.6 份、双氧水 20 份以及浓硫酸 5 份。

以地沟油为原料制备环氧脂肪酸甲酯的方法

技术领域

[0001] 本发明属于化工产品制备技术领域,尤其涉及一种以地沟油为原料制备环氧脂肪酸甲酯的方法。

背景技术

[0002] 地沟油,泛指在生活中存在的各类劣质油,如回收的食用油、反复使用的炸油等。地沟油的出现,一方面不仅会对环境造成污染,另一方面还可能存在着地沟油回流餐桌造成严重饮食安全隐患。为了消除上述地沟油产生的安全和环保隐患,人们尝试着将地沟油转换成更为安全、有用的产品。

[0003] 环氧脂肪酸甲酯在常温下为浅黄色液体,是一种无毒、无味的新型环保增塑剂兼稳定剂。目前,环氧脂肪酸甲酯主要是直接以脂肪酸甲酯为原料制备而成,然而,由于脂肪酸甲酯的价格一直居高不下,导致环氧脂肪酸甲酯的制备成本存在过高的缺陷。

发明内容

[0004] 本发明提供一种以地沟油为原料制备环氧脂肪酸甲酯的方法,将方法将地沟油作为原料制成环氧脂肪酸甲酯,从而在解决现有的地沟油存在安全和环保隐患问题的同时,又可有效的降低环氧脂肪酸甲酯的制备成本。

[0005] 为了解决上述技术问题,本发明所采用的技术方案是:

它包括以下步骤:

A、除去待处理地沟油中含有的固体物质,然后加热至 $70^{\circ}\text{C} \sim 80^{\circ}\text{C}$,并通过纳米超频震动膜组过滤,接着再添加占所述地沟油预处理清液质量 $0.04\% \sim 0.5\%$ 的聚丙烯酰胺,搅拌 10 分钟 \sim 15 分钟,再在温度为 $180^{\circ}\text{C} \sim 200^{\circ}\text{C}$,压力为 $2.0\text{MPa} \sim 2.5\text{MPa}$ 的条件下水解 4 小时 \sim 6 小时,得到地沟油预处理液;

B、将 A 步骤制得的地沟油预处理液放入搅拌器中,在搅拌状况下向其中添加占所述地沟油预处理液质量 $0.5\% \sim 0.8\%$ 的浓硫酸,搅拌均匀,加热至 $65^{\circ}\text{C} \sim 75^{\circ}\text{C}$,滴加占所述地沟油预处理液质量 $8\% \sim 11\%$ 的甲醇,恒温搅拌 8 小时 \sim 12 小时,然后静置分层,取上层液体,得到粗脂肪酸甲酯;

C、将 B 步骤制得的粗脂肪酸甲酯放入精馏塔中,在温度为 $200^{\circ}\text{C} \sim 220^{\circ}\text{C}$,压力为 $0\text{MPa} \sim 0.001\text{MPa}$ 的条件下精馏,得到精制的脂肪酸甲酯;

D、按重量份计,将 100 份 C 步骤制得的精制的脂肪酸甲酯放入反应釜中,并添加 45 份 \sim 50 份水杨酸和 0.2 份 \sim 1 份磁性固体酸催化剂,搅拌均匀,然后再升温至 $80^{\circ}\text{C} \sim 85^{\circ}\text{C}$,并添加 20 份 \sim 25 份双氧水和 1 份 \sim 5 份浓硫酸,搅拌 4 小时 \sim 6 小时,最后静置分层,取上层液体,得到粗环氧脂肪酸甲酯;

E、将 D 步骤制得的粗环氧脂肪酸甲酯进行精馏,得到精制的环氧脂肪酸甲酯。

[0006] 上述技术方案中,更具体的技术方案是:所述 D 步骤中脂肪酸甲酯 100 份、水杨酸 45 份、磁性固体酸催化剂 1 份、双氧水 25 份以及浓硫酸 1 份。

[0007] 更进一步的,所述 D 步骤中脂肪酸甲酯 100 份、水杨酸 50 份、磁性固体酸催化剂 0.2 份、双氧水 22 份以及浓硫酸 3 份。

[0008] 更进一步的,所述 D 步骤中脂肪酸甲酯 100 份、水杨酸 47 份、磁性固体酸催化剂 0.6 份、双氧水 20 份以及浓硫酸 5 份。

[0009] 由于采用上述技术方案,本发明得到的有益效果是:

1. 本发明采用地沟油作为主要原料,从而代替传统直接采用脂肪酸甲酯作为制备原料的方案,不仅可使地沟油得到充分的利用,还可大幅度成品环氧脂肪酸甲酯的生产成本。

[0010] 2. 本发明生产得到的产品环氧脂肪酸甲酯纯度高。

具体实施方式

[0011] 以下结合具体实施例对本发明作进一步详述,而本发明的保护范围并非仅仅局限于以下实施例。

[0012] 实施例 1

本以地沟油为原料制备环氧脂肪酸甲酯的方法包括以下步骤:

A、除去待处理地沟油中含有的固体物质,然后加热至 70℃,并通过纳米超频震动膜组过滤,接着再添加占所述地沟油预处理清液质量 0.04% 的聚丙烯酰胺,搅拌 15 分钟,再在温度为 180℃,压力为 2.0MPa 的条件下水解 6 小时,得到地沟油预处理液;

B、将 A 步骤制得的地沟油预处理液放入搅拌器中,在搅拌状况下向其中添加占所述地沟油预处理液质量 0.5% 的浓硫酸,搅拌均匀,加热至 65℃,滴加占所述地沟油预处理液质量 8% 的甲醇,恒温搅拌 12 小时,然后静置分层,取上层液体,得到粗脂肪酸甲酯;

C、将 B 步骤制得的粗脂肪酸甲酯放入精馏塔中,在温度为 200℃,压力为 0MPa 的条件下精馏,得到精制的脂肪酸甲酯;

D、按重量份计,将 100 份 C 步骤制得的精制的脂肪酸甲酯放入反应釜中,并添加 45 份水杨酸和 1 份磁性固体酸催化剂,搅拌均匀,然后再升温至 80℃,并添加 25 份双氧水和 1 份浓硫酸,搅拌 6 小时,最后静置分层,取上层液体,得到粗环氧脂肪酸甲酯;

E、将 D 步骤制得的粗环氧脂肪酸甲酯进行精馏,得到精制的环氧脂肪酸甲酯。

[0013] 本实施例生产得到的产品环氧脂肪酸甲酯纯度为 96.1%。

[0014] 实施例 2

本以地沟油为原料制备环氧脂肪酸甲酯的方法包括以下步骤:

A、除去待处理地沟油中含有的固体物质,然后加热至 80℃,并通过纳米超频震动膜组过滤,接着再添加占所述地沟油预处理清液质量 0.5% 的聚丙烯酰胺,搅拌 10 分钟,再在温度为 200℃,压力为 2.5MPa 的条件下水解 4 小时,得到地沟油预处理液;

B、将 A 步骤制得的地沟油预处理液放入搅拌器中,在搅拌状况下向其中添加占所述地沟油预处理液质量 0.8% 的浓硫酸,搅拌均匀,加热至 75℃,滴加占所述地沟油预处理液质量 11% 的甲醇,恒温搅拌 8 小时,然后静置分层,取上层液体,得到粗脂肪酸甲酯;

C、将 B 步骤制得的粗脂肪酸甲酯放入精馏塔中,在温度为 220℃,压力为 0.001MPa 的条件下精馏,得到精制的脂肪酸甲酯;

D、按重量份计,将 100 份 C 步骤制得的精制的脂肪酸甲酯放入反应釜中,并添加 50 份水杨酸和 0.2 份磁性固体酸催化剂,搅拌均匀,然后再升温至 85℃,并添加 22 份双氧水和 3

份浓硫酸,搅拌 4 小时,最后静置分层,取上层液体,得到粗环氧脂肪酸甲酯;

E、将 D 步骤制得的粗环氧脂肪酸甲酯进行精馏,得到精制的环氧脂肪酸甲酯。

[0015] 本实施例生产得到的产品环氧脂肪酸甲酯纯度为 95.5%。

[0016] 实施例 3

本以地沟油为原料制备环氧脂肪酸甲酯的方法包括以下步骤:

A、除去待处理地沟油中含有的固体物质,然后加热至 75℃,并通过纳米超频震动膜组过滤,接着再添加占所述地沟油预处理清液质量 0.3% 的聚丙烯酰胺,搅拌 12 分钟,再在温度为 190℃,压力为 2.2MPa 的条件下水解 5 小时,得到地沟油预处理液;

B、将 A 步骤制得的地沟油预处理液放入搅拌器中,在搅拌状况下向其中添加占所述地沟油预处理液质量 0.6% 的浓硫酸,搅拌均匀,加热至 70℃,滴加占所述地沟油预处理液质量 9% 的甲醇,恒温搅拌 10 小时,然后静置分层,取上层液体,得到粗脂肪酸甲酯;

C、将 B 步骤制得的粗脂肪酸甲酯放入精馏塔中,在温度为 210℃,压力为 0.001MPa 的条件下精馏,得到精制的脂肪酸甲酯;

D、按重量份计,将 100 份 C 步骤制得的精制的脂肪酸甲酯放入反应釜中,并添加 47 份水杨酸和 0.6 份磁性固体酸催化剂,搅拌均匀,然后再升温至 80℃,并添加 20 份、双氧水和 5 份浓硫酸,搅拌 5 小时,最后静置分层,取上层液体,得到粗环氧脂肪酸甲酯;

E、将 D 步骤制得的粗环氧脂肪酸甲酯进行精馏,得到精制的环氧脂肪酸甲酯。

[0017] 本实施例生产得到的产品环氧脂肪酸甲酯纯度为 95%。