

# 乙醇法精制米糠蜡的研究

郑士圻 蔡振元 吴采桑

(应用化学系)

## 摘 要

用乙醇法精制米糠蜡可实现毛蜡中蜡、油基本分开,蜡得率90%以上,油80%以上。精制后的糠蜡经乙醇重结晶,还可得到白色的结晶蜡。

在毛糠油中,含有米糠蜡约3%,精炼后得到的毛糠蜡含油率在25—70%(块状毛蜡在25—30%),由于油含量高没有应用价值(商品蜡要求低于12%)。因此,从四十年代起国外就有人研究其分离、提纯方法。现在国外生产米糠蜡主要采用溶剂萃取分离法,国内一般采用压榨——皂化法。皂化法蜡得率低(45—60%),油被皂化不能回收。溶剂法优于皂化法,目前常用的溶剂有正己烷、丁酮、异丙醇、乙酸乙酯、苯等。此外,乙醇是最普通的有机溶剂,来源丰富,价格便宜,既无毒又容易回收,但一直不为人们所重视。虽有人曾把乙醇和其他溶剂(如苯或己烷)混合作为混合溶剂来萃取分离糠蜡,但在生产上回收混合溶剂也要保持一定浓度比而难于获得应用。我们认为乙醇对糠油的溶解力不如其它溶剂,但它对糠蜡的溶解能力也是比较小的。为此,用它精制糠蜡分离出糠油还是有可能实现的。经试验表明,乙醇对糠油的溶解能力实际上不算太小,在回流萃取的条件下能够实现蜡油的基本分开、分离出的糠蜡可达到商品级的要求,油能食用。蜡的得率比皂化法高。精制后的糠蜡经乙醇重结晶还可得到白色的结晶蜡。

## 一、乙醇对糠蜡和糠油的溶解能力试验

### 原 料

精蜡(泉州油厂的毛糠蜡经石油醚精制提纯),

糠油(泉州油厂的商品油经过滤处理),无水乙醇(分析纯)。

### 主 要 设 备

超级恒温槽,附电动搅拌的回流装置,蒸馏装置,注射器。

本文1985年12月4日收到。

## 测定方法

将粉碎的精蜡15克放入回流装置的三口瓶中, 並加入200ml 无水乙醇。在20℃下搅拌30分钟, 恒温静置分层。用已知重量的注射器\* 小心抽取适量上层清液, 再准确称量。将所取清液注入一已知重量的蒸馏瓶中, 用少量的无水乙醇清洗注射器一并注入蒸馏瓶。减压蒸馏除去溶剂, 再称蒸馏瓶的重量。蒸馏瓶的增重即为溶解蜡的重量。糠蜡在乙醇中的溶解度(克/100克)

$$S = \frac{\text{溶解蜡的重量}}{\text{抽取清液重量} - \text{溶解蜡重量}} \times 100$$

按上述方法再测定50℃、60℃、70℃、79℃下糠蜡在乙醇中的溶解度。

糠油在乙醇中的溶解度测定方法同上\*\*。测定结果参见表1。

表1 乙醇对糠蜡、糠油的溶解度比较

| 溶解度克/100克<br>样 品 | 温 度℃ | 20   | 50   | 60   | 70    | 79<br>(乙醇回流) |
|------------------|------|------|------|------|-------|--------------|
| 糠 蜡              |      | 0.05 | 0.05 | 0.49 | 0.55  | 2.30         |
| 糠 油              |      | 4.41 | 5.01 | 5.07 | 11.94 | 混 溶          |

从表1可以看出: 在常温下, 乙醇对糠油具有一定的溶解能力, 而在稍高的温度尤其在乙醇的回流温度下, 则具有相当大的溶解能力; 但在相同温度下, 乙醇对糠蜡的溶解能力相对于糠油就小得多。这就为我们提供选择某一个温度范围, 用乙醇溶剂将毛糠蜡中的油和蜡基本分开的可能性。

## 二、乙醇法精制糠蜡、回收糠油试验

### 原 料

块状毛糠蜡(由泉州油厂提供, 含油量在25%左右, 有的高达30%); 无水乙醇。

### 试 验 方 法

把块状毛糠蜡和乙醇按1:10的比例投入回流装置的三口瓶中, 水浴加热至乙醇回流温度、蜡熔融于瓶底。搅拌回流30分钟, 静置10分钟, 分层。通过导管利用“皮老虎”将上层清液压到三角瓶、加盖。自然冷却, 溶解在热乙醇中的少量蜡立即析出, 色洁白。重复上述步骤进行第二次萃取。

集中二次压出的清液, 过滤可得少量白蜡。滤液减压蒸馏脱溶(回收乙醇溶剂)即可得糠

\* 注射器测定溶解度对比浊点法, 它可以消除动力学上的误差, 而且操作简便可靠。

\*\* 50ml糠油与150ml 无水乙醇在79℃搅拌回流半小时, 恒温静置不分层。

油。色浅,透明度好,也可以不过滤,直接将二次压出的清液进行蒸馏脱溶处理,所得糠油含有少量蜡,色虽浅但透明度不好。

经二次萃取之后,三口瓶中余下的蜡含有少量溶剂,经减压蒸馏脱溶即可得精蜡,色浅棕,熔点78—80℃,含油量在10%以下。

应用本试验方法,毛糠蜡以含油量27%计,糠油回收率在80%以上,糠蜡得率在90%以上。试验结果如表2所示。

表2 溶剂用量和萃取次数对毛蜡脱油影响(毛糠蜡100克,平均含油量以27%计,萃取时间30分钟、萃取温度79℃)

| 批号  | 萃取次数<br>与结果<br>溶剂用<br>量与脱油 | 1    | 2   | 3   | 4   | 合<br>计<br>(克) | 得<br>蜡<br>(克) | 油<br>回<br>收<br>率 | 蜡<br>得<br>率 | 产 含<br>品 油<br>蜡 量 |
|-----|----------------------------|------|-----|-----|-----|---------------|---------------|------------------|-------------|-------------------|
| I   | 溶剂用量(克)                    | 500  | 500 | 500 | 500 | 2000          | 69            | 83.3%            | 94.5%       | 6.5%              |
|     | 脱油量(克)                     | 14.5 | 6   | 1.5 | 0.5 | 22.5          |               |                  |             |                   |
| II  | 溶剂用量(克)                    | 400  | 400 | 400 | 400 | 1600          | 72            | 98.1%            | 98.6%       | 0.7%              |
|     | 脱油量(克)                     | 14   | 8   | 3   | 1.5 | 26.5          |               |                  |             |                   |
| III | 溶剂用量(克)                    | 300  | 300 | 300 | 300 | 1200          | 74            | 79.6%            | **<br>101%  | 7.4%              |
|     | 脱油量(克)                     | 14   | 5   | 1.5 | 1   | 21.5          |               |                  |             |                   |
| IV  | 溶剂用量(克)                    | 200  | 200 | 200 | *   |               |               |                  |             |                   |
|     | 脱油量(克)                     | 8    | 6.5 | 3   |     |               |               |                  |             |                   |

• 由于溶剂量太少,试验难于进行。

• • 蜡得率超过100%实际是不可能,但按统一标准计算则可能出现。

上述试验结果表明,采用乙醇法精制米糠蜡,回收糠油是可行的。毛糠蜡和乙醇溶剂的比例以1:3、1:4、1:5,萃取四次都可以达到蜡和油基本分开的目的。权衡各方面的因数,采用1:4萃取为宜。又进行了萃取时间对脱油效果的影响试验,认为每次萃取时间15—20分钟就可以得到比较好的效果,一般第一次萃取时间可以短一点,而最后一次则可以长一点,但不必超过30分钟。

为了进一步确定乙醇法精制糠蜡的可行性,我们又将它和其它方法进行一些比较试验,参见表3。

比较试验表明,几种方法都可以得到符合市售标准的蜡,但皂化法不能回收糠油,石油醚和乙酸乙酯法虽可回收,但油色很深,而乙醇法回收的糠油和市售的糠油颜色一样。因此我们认为乙醇法精制糠蜡、回收糠油应用于生产实际是可行的。

表3 不同方法精制糠蜡结果比较  
(原料为毛糠蜡其含油25%，熔点测定采用毛细管法)

| 项 目<br>方 法 | 固 体<br>颜 色   | 熔 融 态<br>颜 色 | 熔 化<br>温 度℃ | 含 油<br>状 况 | 蜡 得 率 | 油 回 收<br>情 况    |
|------------|--------------|--------------|-------------|------------|-------|-----------------|
| 皂 化 法*     | 块状红棕色        | 深红棕不透明       | 78—80       | 6%         |       | 不能回收            |
| 石油醚抽提      | 粉状淡黄<br>块状红棕 | 深红棕不透明       | 77—80       | 6.5%       | 90%以上 | 回收80%以上<br>颜色红棕 |
| 乙酸乙酯抽提     | 粉状淡黄<br>块状红棕 | 深红棕不透明       | 78—80.5     | 6.1%       | 90%以上 | 回收80%以上<br>颜色红棕 |
| 乙醇热萃取      | 块状浅棕色        | 棕色透明度差       | 78—80       | 少 量        | 90%以上 | 回收80%以上<br>颜色黄绿 |

\*皂化法样品系长沙油脂化工厂提供的精蜡。

### 三、乙醇法制备白蜡

将脱油精蜡(颜色浅棕)和乙醇按1:5比例投入萃取装置中,在乙醇回流温度下恒温搅拌30分钟,静置分层。将上层清液倒入(或压入)三角瓶中,加盖冷却,白蜡析出。用乙醇反复萃取多次(每次每200毫升乙醇可得到白蜡2克左右),直到剩下很难被萃取的残渣为止。残渣除含有少量蜡和白土外,还含有深色的物质。

集中过滤析出的白蜡,凉干或在60℃左右减压脱溶即得到白蜡,质地松软,熔点78—80℃,得率在57%以上。熔融之后冷却成块,质地坚硬,呈桔黄色。

### 四、工 艺 流 程 设 想

本方法所采用的设备主要是萃取装置和溶剂回收装置,对其工艺流程设想如图1。

说明:(1)如毛糠蜡含有较多的脱色白土,可先将毛蜡熔融除去白土等杂质;(2)假如采用间歇法生产,萃取装置可作为蜡脱溶装置;(3)如有炼油车间,则溶剂油中少量蜡可不必过滤而直接脱溶,所得糠油含有少量蜡集中回炼油车间处理。

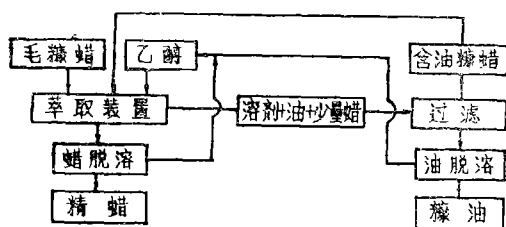


图1 乙醇法精制米糠蜡

### 五、结果与讨论

1.应用乙醇法处理毛糠蜡,可以基本实现蜡、油分开。蜡得率在90%以上,油回收率在80%以上,质量稳定。

2.应用乙醇法可以制备粉状白蜡产品,但是由于热乙醇对蜡的溶解能力不大,需经反复

萃取、耗溶剂量大,且需要密封过滤装置,除非白蜡有特殊用途,否则是不经济的。

3.乙醇法除溶剂本身的优点外,设备简单,流程较短,大小规模,连续间歇都可以。

4.乙醇法虽然在常压下进行,但是溶剂用量大,热萃取耗热量也大,而且回收糠油不过滤就含有少量蜡。针对这些问题,我们对在常温常压下以乙醇溶剂为主的混合溶剂精制糠蜡的可能性进行了试验研究。该项研究已基本结束,公斤级试验已获得成功(未发表)。

### 参 考 文 献

- (1) 浙江省粮食科学研究所,浙江粮油科技,4(1981).
- (2) 湖州粮油蒸谷厂,浙江粮油科技,1—2(1982).
- (3) 张根旺、刘景顺,植物油副产品的综合利用,河南科学技术出版社,(1982).

## The Refining of Rice Bran Wax by Using Ethanol

Zheng Shigi Cai Zhengyuan Wu Caisang

### Abstract

By using ethanol to refine the rice bran wax, the separation of wax and oil in the raw rice bran wax can be realized fundamentally. The yield of wax is over 90% and oil 80%. The refined wax through recrystallization leads to white crystalline wax.