

己烷-乙醇-水体系的研究

汤鲁宏 刘复光

(食品学院)

摘要 以相平衡理论为基础,研究了己烷-乙醇-水三元体系的部分基本性质,论证了己烷-乙醇-水三元非共沸混合物作为现行溶剂的替代溶剂用于浸出法制油的可行性。

关键词 混合溶剂抽提;相图;己烷;乙醇

中图分类号 TQ644.14

0 前言

以己烷和乙醇为主体构成的烃-醇型混合溶剂(hexane/Alcohol Mixture),是已被油脂工业界采用的较为成熟的混合溶剂之一,我国在运用这类混合溶剂进行棉籽去毒、大豆脱腥等方面均已获得成功,取得了一些可喜的成果^[1,2]。但有关烃-醇型混合溶剂的基本性质等仍需作系统和深入地研究。以相平衡理论为基础,对己烷-乙醇-水三元体系进行较为系统的研究,证实己烷-乙醇-水三元非共沸混合物作为现行溶剂的替代溶剂用于浸出法制油的可行性。

1 实验方法

实验材料:正己烷 C. P. 级 n-Hexane > 95% 沸程 66~70 C;无水乙醇 A. R. 级 Ethanol > 99.5% 沸程(78±1) C;95%乙醇 A. R. 级;大豆毛油 常州油厂提供;大豆片 厚度 d=0.15~0.25mm 上海油脂一厂提供。

1.1 己烷-乙醇-水体系在不同温度下的相图

取己烷、无水乙醇、水,按一定的配比配制三元混合体系系列,充分混合后在指定温度下静置,使液相分层并达到平衡;分别取上、下两相的液体进行气相色谱分析,确定平衡条件下两相的相应组成,组成相平衡曲线上的一对平衡点;将各对平衡点在三组分相图上标出,连成一条平滑的曲线,即构成该温度下的三组分相图。按此法绘制该体系在 0 C, 13 C, 55 C 下的相图。色谱条件为:

GC-7AG 气相色谱仪, TCD 检测

收稿日期: 1995-03-25

10% DEGS/Chromosorb W, NAW 80~100 目

不锈钢柱 3m×84mm, 柱温 65℃, 载气流速 60ml/min

1.2 若干乙醇水溶液与己烷的混溶性

将 95% 乙醇用水稀释, 得到质量分数分别为 91.1% 和 88.6% 的乙醇 1 和乙醇 2 备用。

以正己烷分别和上述乙醇溶液按不同的配比配制一混和物系列, 在不断搅拌的条件下缓慢升高体系的温度, 观察乳浊液由浊变清的温度, 以此作为混溶温度 (Temperature of solubility)。

1.3 大豆油在混合溶剂中的溶解性

将 95% 乙醇加水稀释至 91.1%, 然后将其与正己烷按己烷: 乙醇 = 7: 3, 6: 4, 5: 5

的比例混和, 配成 1, 2, 3 号混合溶剂备用。分别取 1, 2, 3 号混合溶剂与大豆毛油按不同配比配成混和油系列, 在不断搅拌的条件下缓慢升高体系的温度, 观察乳浊液由浊变清的温度, 以此作为混溶温度。

2 实验结果与讨论

2.1 己烷-乙醇-水体系在不同温度下的相图

实验结果列于表 1。

表 1 己烷-乙醇-水体系的混溶性(平衡组成)

	轻相 (%)			重相 (%)		
	水	乙醇	己烷	水	乙醇	己烷
0℃	0	0	100	74.9	25.1	0
	0	1.1	98.9	43.1	56.1	0.8
	0	1.9	98.2	30.5	65.4	4.1
	0	3.1	96.7	16.7	75.8	7.5
	14.6	74.6	10.8	16.4	72.9	10.7
	14.3	76.5	9.2	/	/	/
13℃	0	0	100	74.6	25.2	0.1
	0	0.9	99.1	48.2	51.1	0.7
	0	3.1	96.9	32.9	62.5	4.6
	0	4.7	95.3	18.4	72.0	9.6
	12.9	75.9	11.2	/	/	/
55℃	0	0.7	99.3	77.1	22.9	0
	0	2.0	98.0	67.5	32.5	0
	0	2.1	97.9	66.0	33.7	0.3
	0.3	8.4	91.3	52.6	46.8	0.6
	1.5	12.1	82.6	42.0	54.4	3.6
	33.2	61.2	5.6	/	/	/

根据表 1 所列数据, 绘出不同温度下己烷-乙醇-水体系相图及己烷-乙醇-水体系三维部分互溶图, 见图 1 和图 2。

观察分析所得相图(图 1 及图 2)可知:

1) 己烷-乙醇-水构成部分互溶三组分体系。其中己烷和乙醇两组分可以完全互溶, 水和乙醇两组分也可以完全互溶, 而已烷和水两组分为难以互溶的组分。乙醇在这里起了增加

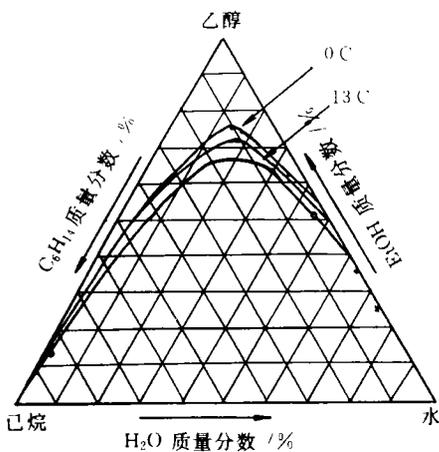


图1 己烷-乙醇-水体系相图

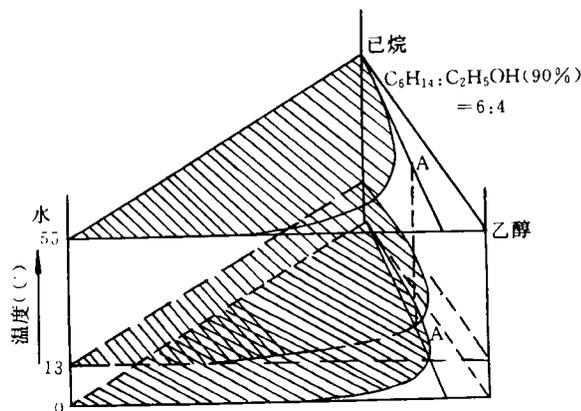


图2 己烷-乙醇-水体系三维部分互溶图

己烷和水两组分互溶性的助溶作用。随着乙醇添加量的增大,己烷和水的互溶程度也增大;

2) 由图1可以看出,乙醇水溶液的质量分数对它与己烷的互溶性影响很大。当乙醇水溶液中乙醇的质量分数低于50%时,该溶液与己烷基本不互溶;当乙醇水溶液中乙醇的质量分数高于95%时,该溶液与己烷可很好地互相混溶;当乙醇水溶液中乙醇的质量分数在50%~95%之间时,乙醇水溶液与己烷部分混溶,混溶的程度随质量分数的增大而增大,起初是缓慢的,越过某一浓度后,便迅速增大;

3) 温度对乙醇水溶液与己烷的混溶性也有较大的影响。在图1中单相区域随着温度的升高而逐渐扩大。图2更直观地描述了这一情形,图中点A(C₆H₁₄:C₂H₅OH=6:4)在0°C时处于两相区域中,但是当温度升高至55°C时,便进入单相区域(A')了。

综上所述,乙醇水溶液与己烷在一定条件下是可以混溶的。混溶的程度由温度及乙醇水溶液的质量分数两个因素决定。混溶的程度随温度的升高而逐渐升高,随乙醇水溶液质量分数的增大而增大。据此,我们可以通过对乙醇质量分数和体系温度的控制,使乙醇水溶液与己烷相混溶或相分离。

2.2 若干乙醇水溶液与己烷的混溶性

实验数据整理于表2。以混合体系中乙醇水溶液的含量为横坐标,混溶温度为纵坐标,绘制正己烷-乙醇水溶液体系的溶解度曲线,见图3。

观察分析图3可以看出:

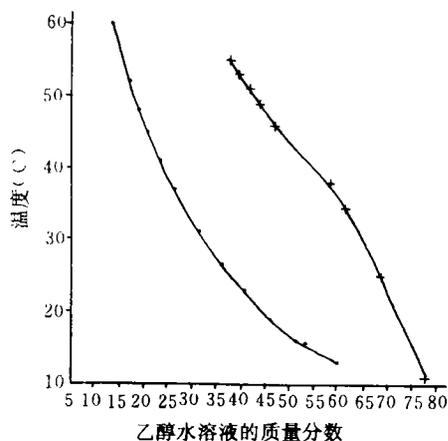
1) 温度的改变对混溶程度的影响非常大。随着温度的升高,混溶区域显著变大。但在常压下,临界溶解度(critical solubility)没有达到。两相区域内体系直到沸腾仍未完全混溶;

2) 乙醇水溶液的质量分数也是影响混溶性的重要因素。质量分数较高时,它与己烷的混溶程度明显增大,在高温下尤为明显;

3) 在一定条件(温度,乙醇水溶液的质量分数)下,己烷与乙醇溶液的配比决定了混合体系的均相与否。为要达成均相混合溶剂体系,应向己烷中添加较大量的乙醇溶液而不是较少。在浸出条件下(55°C左右),当乙醇水溶液的质量分数为91.1%和88.6%时,混合溶剂中乙醇水溶液的添加量应分别不少于20%和40%。

表2 正己烷与乙醇水溶液的混溶性

与91.1%乙醇水溶液		与88.6%乙醇水溶液	
乙醇含量%	混溶温度C	乙醇含量%	混溶温度C
9.0	/	35.9	/
13.1	60	37.5	55
16.6	52	39.1	53
18.3	48	41.3	51
20.4	45	43.3	49
23.0	41	46.6	46
25.9	37	57.8	38
30.8	31.2	61.0	34.5
35.7	26.5	68.5	25
40.4	23	77.5	11
45.7	19	/	/
51.2	16	/	/
59.5	13	/	/

图3 正己烷-乙醇水溶液体系的溶解度曲线
—•— 91.1% —+— 88.6%

2.3 大豆油在混合溶剂中的溶解性

实验数据整理于表3。

表3 大豆毛油在混合溶剂中的溶解性

1号(7:3)		2号(6:4)		3号(5:5)	
混合油质量分数%	混溶温度C	混合油质量分数%	混溶温度C	混合油质量分数%	混溶温度C
11.9	37	8.1	29	14.1	35
17.4	41	15.0	36	20.7	43
23.1	44	20.2	40	25.1	47
27.9	47	26.1	46	30.6	52
32.3	49	30.5	49	33.9	55
37.4	51	34.0	52		
40.2	53	36.7	52.5		
43.6	54	38.4	54.5		
45.8	55				

以混合油体系中毛油的质量分数为横坐标,以混溶温度为纵坐标,绘制大豆毛油在混合溶剂中的溶解度曲线,见图4。

构成混合溶剂的己烷与乙醇溶液是否能够很好地互溶,与所形成的混合溶剂对油脂的溶解能力(solvent power)是否良好,是两个不同的概念,并非越易混溶的混合溶剂对油脂的溶解能力越强。因此,作者特进行了本实验。观察分析表3,图4,可以看出:

1) 在浸出条件(55℃左右)下,三种混合溶剂对油脂都具有良好的溶解能力,所得混合油的温度在55℃时,均超过30%,达到了实用水平。

2) 三种混合溶剂相比较,它们对油脂的

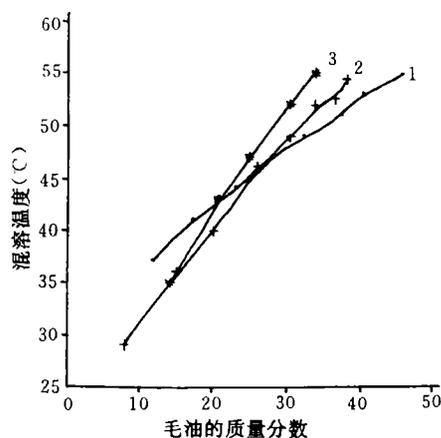


图4 大豆毛油在混合溶剂中的溶解度

—•— 1号(7:3) —+— 2号(6:4)
—*— 3号(5:5)

溶解能力以1号为最强,3号为最弱。如,达到同一个混合油质量分数(30%)所需的温度为1号(48℃)<2号(49℃)<3号(51.5℃);又如,在同一个温度(55℃)下,各混合油体系中毛油的质量分数为1号(46%)>2号(39%)>3号(34%)。

3) 各混合溶剂对油脂的溶解能力受温度影响的程度是各不相同的。其中以1号溶剂受影响最大,2号溶剂次之,3号溶剂最小。溶解能力受温度影响程度的大小,反映了该溶剂取油潜力的大小,与溶剂中己烷与乙醇的相对含量有关。己烷含量较高时,虽然达到混溶区所需的温度较高(见图3),但到达混溶区后,却显示出了良好的取油潜力,随着温度的升高,溶解性也迅速增加(见图4)。己烷含量较低时,较低温度下即可进入混溶区,也有一定的溶解油脂的能力,但温度升高后,取油能力增加的幅度不算太大。

3 结 论

通过对己烷-乙醇-水体系的相平衡规律,若干乙醇水溶液与己烷的混溶性,及由它们所形成的混合溶剂对油脂的溶解能力等问题的研究,验证了质量分数为88%~91%的乙醇水溶液与己烷有良好的混溶性,它们所形成的混合溶剂有良好的油脂溶解能力。质量分数为91%左右的乙醇水溶液在现行的浸出条件下,可以与己烷按一定的配比,形成有较好油脂溶解能力的混合溶剂。

参 考 文 献

- 1 Liu Fuguang etc. A New Method of Detoxification of Cottonseed by Means of MixedSolvent Extraction JAOCS Feb. 1981,93
- 2 刘复光等. 大豆用工业己烷-乙醇混合溶剂进行浸出和脱腥味. 第三次全国油脂专业学术交流及科技情报工作会议资料选编
- 3 The Nondistillation Alcohol Extraction Process for Soybean Oil JAOCS Jan. 1948,132
- 4 Rao R K, Arnold, L. K. JAOCS 1958,35~277
- 5 Fennema R. Food Chemistry(Second Edition) Water and Ice

Some Basic Properties of Hexane/Alcohol Mixture

Tang Luhong Liu Fuguang

(School of Food Science & Technology)

Abstract On the basis of phase-equilibrium theory, some physicochemical properties of hexane/alcohol/water tricomponents system are studied, and the possibility of such tri-components nonazeotrope to be used as alternative solvent in the oil extractions is theoretical analysed.

Subject-words Mixed solvent extraction; Phase diagrams; Hexane (P); Ethanol