

棉籽混合油碱炼工艺优化

王如南^{1,2}, 杨伟国^{1,2}, 韩文杰^{1,2}

(1. 新疆晨光生物科技股份有限公司, 新疆 图木舒克 843900; 2. 河北省棉籽综合加工技术创新中心, 河北 邯郸 057250)

摘要: 为确保棉籽油的稳定生产, 提高棉籽油的品质, 以混合油浓度、超量碱添加量、碱液质量分数和反应时间为试验因素, 以棉籽油的含皂量、色泽(R值)和精炼得率为考察指标, 设计正交试验对棉籽混合油碱炼工艺条件进行优化。结果表明, 棉籽混合油碱炼的最优工艺条件为混合油浓度85%, 超量碱添加量0.8%, 碱液质量分数12.69% (18°Bé), 反应时间20 min。在最优工艺条件下, 生产线上实际生产的棉籽油酸值(KOH)降到0.2 mg/g以下, 过氧化值降到0.020 g/100 g, 色泽(R值)可稳定控制在4.8以下, 精炼得率为95.92%, 优于小试试验效果。

关键词: 棉籽混合油; 碱炼; 含皂量; 色泽; 精炼得率

中图分类号: TS224.6; TS225.1 文献标识码: A 文章编号: 1003-7969(2024)02-0010-03

Optimization of alkali refining process for cottonseed miscella

WANG Runan^{1,2}, YANG Weiguo^{1,2}, HAN Wenjie^{1,2}

(1. Xinjiang Chenguang Biotech Co., Ltd., Tumushuke 843900, Xinjiang, China; 2. Hebei Province Cottonseed Comprehensive Processing Technology Innovation Center, Handan 057250, Hebei, China)

Abstract: In order to ensure the stable production of cottonseed oil and improve the quality of cottonseed oil, with the miscella concentration, excess alkali quantity, mass fraction of alkali solution and reaction time as experimental factors, the soap content, color (R value) and refining yield of cottonseed oil as investigation indexes, the orthogonal experiment was designed to optimize the alkali refining process conditions of cottonseed miscella. The results showed that the optimal conditions were miscella concentration 85%, excess alkali quantity 0.8%, mass fraction of alkali solution 12.69% (18°Bé), and reaction time 20 min. Under the optimal conditions, the acid value of cottonseed oil actually produced in the production line was reduced to below 0.2 mgKOH/g, the peroxide value was reduced to 0.020 g/100 g, the R value could be stably controlled below 4.8, and the refining yield was 95.92%, which was better than the small-scale test.

Key words: cottonseed miscella; alkali refining; soap content; color; refining yield

近年来, 棉籽混合油碱炼技术在国内被广泛应用, 相比传统的棉籽原油碱炼技术, 混合油碱炼可在溶剂浸出后、混合油气提前进行, 利用棉籽混合油中非极性溶剂的存在, 阻碍酸、碱与甘油三酯分子的接触, 可减少中性油的皂化^[1], 降低皂化损失, 提高精炼得率。碱液在特制混合罐中与混合油混合, 中和游离脂肪酸、凝结磷脂并去除大部分色素^[2], 同时在蒸脱溶剂之前, 利用皂脚的吸附能力, 脱除油脂中

的胶质和某些热敏性杂质(棉酚等), 可避免蒸发器结垢, 解决棉酚变性难脱除的问题, 从而提高蒸发效率并使油品色泽得到改善^[3]。

我公司加工的棉籽主要为新疆机采棉, 在棉籽混合油实际生产过程中会阶段性出现棉籽油色泽难脱除的问题, 多次调整工艺过程控制参数, 油脂色泽改善仍不明显, 且成品油的含皂量在0.01%左右, 棉籽油品质和产品得率均受到影响。

通过积累汇总棉籽油实际生产工艺参数控制范围, 结合小试正交试验对棉籽混合油碱炼工艺进行优化, 并在生产线上进行验证试验, 以确保棉籽油的稳定生产, 提高棉籽油品质和精炼油得率。

收稿日期: 2022-09-17; 修回日期: 2023-09-22

作者简介: 王如南(1992), 女, 工程师, 主要从事油料资源综合利用方面的研究工作(E-mail) wangrunan18@126.com。

1 材料与方法

1.1 试验材料

1.1.1 原料与试剂

棉籽混合油,由浸出车间一蒸脱溶后获得。

氢氧化钠,食品级;正己烷、乙酸、三氯甲烷、异丙醇、丙酮、硫代硫酸钠等,均为分析纯。

1.1.2 仪器与设备

AUY220 电子天平,HCJ-4D 磁力搅拌水浴锅, TG16-WS 台式高速离心机, R201BL 旋转蒸发仪, SHB-III 循环水式多用真空泵, WSL-2 罗维朋比色计。

1.2 试验方法

1.2.1 棉籽混合油碱炼

小试试验:从车间取得一定浓度(质量分数,下同)的混合油(浓度在 20% 左右),通过抽真空旋蒸浓缩到设定浓度,检测其酸值和浓度后,取一定质量混合油于平底烧瓶中,置于 55 °C 水浴中搅拌加热,加入一定质量分数的碱液,中和反应一定时间后,转移至离心管中,4 000 r/min 离心 10 min,取上清液在 90 °C 水浴条件下抽真空旋蒸脱溶 20 min,即可完成混合油碱炼。

生产线试验:实际生产工艺流程如图 1 所示。

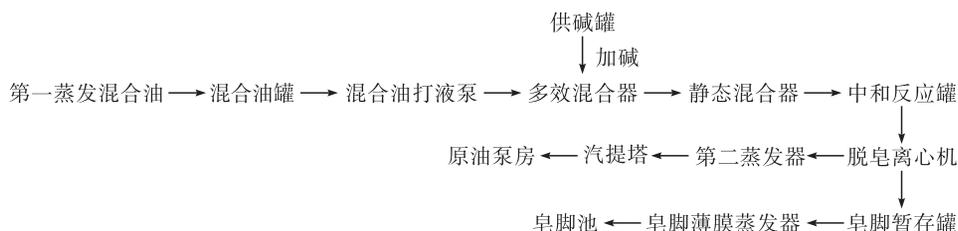


图 1 棉籽混合油碱炼实际生产工艺流程图

1.2.2 理论加碱量和精炼得率的计算

加碱量的计算公式如式(1)和式(2)所示。

$$Q_1 = \frac{G}{C} \times A \times \frac{M_1}{M_2} \times \frac{1}{1\ 000} \quad (1)$$

式中: Q_1 为氢氧化钠理论添加量,kg; G 为混合油中油脂质量,kg; C 为混合油浓度; A 为混合油酸值(KOH),mg/g; M_1 为氢氧化钠的相对分子质量,40.0; M_2 为氢氧化钾的相对分子质量,56.1。

$$Q_2 = (T \times G) + Q_1 \quad (2)$$

式中: Q_2 为氢氧化钠实际添加量,kg; T 为过量碱添加量(以油质量计)。

棉籽油精炼得率计算公式如式(3)所示。

$$W = \frac{m_2}{m_3} \times 100\% \quad (3)$$

式中: W 为精炼得率; m_2 为成品油质量,kg; m_3 为原油质量,kg。

1.2.3 棉籽油理化指标的测定

酸值的测定参考 GB 5009.229—2016;过氧化值的测定参考 GB 5009.227—2016;含皂量的测定参考 GB/T 5533—2008;色泽的测定参考 GB/T 22460—2008。

2 结果与讨论

2.1 棉籽混合油碱炼正交试验

2.1.1 正交试验设计及结果

通过调控棉籽油实际生产过程发现,影响棉籽油品质的主要因素为混合油浓度、过量碱添加量(以油质量计)、碱液质量分数和反应时间。基于实

际生产能够控制的指标,每个因素各取 3 个水平,设计四因素三水平的正交试验,正交试验因素水平见表 1,正交试验设计与结果见表 2。

表 1 正交试验因素水平

水平	A 混合油浓度/%	B 过量碱添加量/%	C 碱液质量分数/%	D 反应时间/min
1	80	0.4	11.06	10
2	85	0.6	12.69	15
3	90	0.8	14.24	20

表 2 正交试验设计与结果

试验号	A	B	C	D	含皂量/%	色泽(R值)	精炼得率/%
1	1	1	1	1	0.028 6	22.0	94.22
2	1	2	2	2	0.010 1	9.0	94.33
3	1	3	3	3	0.009 5	5.6	94.37
4	2	1	2	3	0.010 6	16.0	93.22
5	2	2	3	1	0.007 5	7.0	93.14
6	2	3	1	2	0.008 3	5.0	93.75
7	3	1	3	2	0.018 1	14.0	92.56
8	3	2	1	3	0.008 5	11.0	92.15
9	3	3	2	1	0.008 9	6.1	93.87
含皂量							
k_1	0.016 0	0.019 1	0.015 1	0.015 0			
k_2	0.008 8	0.008 7	0.009 8	0.012 2			
k_3	0.011 8	0.008 9	0.011 7	0.009 5			
R	0.007 2	0.010 4	0.005 3	0.005 5			

续表 2

试验号	A	B	C	D	含皂量/ %	色泽 (R 值)	精炼 得率/%
色泽(R 值)							
k_1	12.2	17.3	12.7	11.7			
k_2	9.3	9.0	10.4	9.3			
k_3	10.4	5.6	8.9	10.9			
R	2.9	11.8	3.8	2.4			
精炼得率							
k_1	94.31	93.33	93.37	93.74			
k_2	93.37	93.21	93.81	93.55			
k_3	92.86	94.00	93.36	93.25			
R	1.45	0.79	0.45	0.49			

注:比色槽厚度为 133.4 mm

由表 2 可知:4 个因素对含皂量的影响次序为 $B > A > D > C$,最优组合为 $A_2B_2C_2D_3$;对色泽(R 值)的影响次序为 $B > C > A > D$,最优组合为 $A_2B_3C_3D_2$;对精炼得率的影响次序为 $A > B > D > C$,最优组合为 $A_1B_3C_2D_1$ 。

2.1.2 最优方案确定

就因素 A 而言,其对精炼得率的影响排第一,对含皂量的影响排第二,故可选取 A_1 或 A_2 。当取 A_1 时,精炼得率比取 A_2 时高 1.01%;当取 A_2 时,含皂量比取 A_1 时降低 45.00%,且色泽(R 值)比取 A_1 时降低 23.77%。因此,取 A_2 较为合适,即混合油浓度为 85%。

就因素 B 而言,其对含皂量和色泽(R 值)的影

响均排第一,故可选取 B_2 或 B_3 。当取 B_2 时,含皂量比取 B_3 时低 2.25%;而取 B_3 时,色泽(R 值)比取 B_2 时低 37.78%,且精炼得率比取 B_2 时高 0.85%。因此,取 B_3 较为合适,即超量碱添加量为 0.8%。

就因素 C 而言,其对色泽(R 值)的影响排第二,对含皂量和精炼得率的影响均排第四,故可选取 C_2 和 C_3 。当取 C_2 时,含皂量比取 C_3 时低 16.24%,精炼得率比取 C_3 时高 0.48%;而取 C_3 时,色泽(R 值)比取 C_2 时低 14.42%。因此,取 C_2 较为合适,即碱液质量分数为 12.69% (18°Bé)。

就因素 D 而言,其对含皂量和精炼得率的影响排第三,对色泽(R 值)的影响排第四,故可选取 D_1 或 D_3 。因素 D 对 3 个主要指标影响较小,取 D_1 时,精炼得率比取 D_3 时高 0.53%;取 D_3 时,含皂量比取 D_1 时低 36.67%;取 D_1 或 D_3 时,色泽(R 值)差别不大。因控制好棉籽油的质量排在第一位,故取 D_3 较为合适,即反应时间为 20 min。

综上,棉籽混合油碱炼工艺条件最优组合为 $A_2B_3C_2D_3$,即混合油浓度 85%,超量碱添加量 0.8% (以油质量计),碱液质量分数 12.69% (18°Bé),反应时间 20 min。

2.2 验证试验

按照正交试验得到的最优方案在生产线上进行实际生产棉籽油,并与小试生产的棉籽油进行对比,结果如表 3 所示。

表 3 棉籽混合油碱炼优化验证试验结果

试验	碱炼工艺参数				试验结果				
	A/%	B/%	C/%	D/min	含皂量/%	色泽 (R 值)	酸值(KOH)/ (mg/g)	过氧化值/ (g/100 g)	精炼 得率/%
小试	85	0.8	12.69	20	0.007 4	4.8	0.30	0.052	93.73
生产线(优化前)	89	0.9	12.69	10	0.009 1	5.0	0.32	0.051	93.69
生产线(优化后)	85	0.8	12.69	20	0.002 2	4.3	0.18	0.020	95.92

由表 3 可知,按照正交试验得出的最优方案在生产线上实际生产的效果优于小试试验。在实际生产中,最优条件下棉籽油酸值(KOH)从优化前的 0.32 mg/g 降到 0.18 mg/g,过氧化值从优化前的 0.051 g/100 g 降到 0.020 g/100 g。对生产线棉籽混合油碱炼工艺优化后,成品油的含皂量控制在 0.003% 以下,色泽(R 值)在 4.8 以下,精炼得率为 95.92%。

3 结论

棉籽混合油碱炼工艺的最优条件为混合油浓度 85%,超量碱添加量 0.8%,碱液质量分数 12.69% (18°Bé),反应时间 20 min。实际生产过程中,最优

条件下棉籽混合油的酸值(KOH)降到 0.2 mg/g 以下,过氧化值降到 0.020 g/100 g,色泽(R 值)可稳定控制在 4.8 以下,精炼得率为 95.92%,优于小试试验效果和优化前的生产效果。

参考文献:

- [1] 张骊,梁宇柱,丁福祺,等. 棉籽混合油精炼工艺技术[J]. 中国油脂,1998,23(1):17-18.
- [2] 孙健,李卫东,舒泉先. 棉籽油脱色工艺研究[J]. 粮油加工,2007(9):75-77.
- [3] 刘玉兰,汪学德,马传国,等. 油脂制取与加工工艺学[M]. 北京:科学出版社,2003.