

# 由羊毛脂制备羊毛醇和羊毛酸

张相年 赖雅平<sup>#</sup>

(广州军区总医院药学部 广州 510010 <sup>#</sup>广州大学食品工程系 广州 510055)

**摘 要** 研究了羊毛脂均相皂化制备及羊毛脂醇和羊毛脂酸的反应。结果表明: 均相皂化法在 125℃、2h 内能将 96% 的羊毛脂皂化, 经过分子蒸馏以及酸醇分离后可得到高质量的羊毛脂酸和羊毛脂醇。

**关键词** 羊毛脂 皂化反应 羊毛脂酸 羊毛脂醇

## Study on Preparation of Lanolin Acids and Alcohols from Lanolin

Zhang Xiangnian, Lai Yaping<sup>#</sup>

(Guangzhou General Hospital of Guangzhou Military Command, Pharmaceutical Department, Guangzhou 510010)

(<sup>#</sup> Guangzhou University, Food Engineer Department, Guangzhou 510055)

**Abstract** This paper studied the homogeneous saponification of lanolin, separation of lanolin acids and alcohols, and refining lanolin acids and alcohols by molecular distillation. The results showed that the saponification of lanolin reached as high as 96% at after 2h reaction, high quality lanolin alcohols and fatty acids were obtained.

**Key words** Lanolin acids and alcohols, Preparation, Lanolin saponification

羊毛脂是羊的皮脂腺中分泌出来的天然物质, 是从毛纺行业洗羊毛的废水中提取的一种副产品。我国具有丰富的羊毛脂资源, 搞好羊毛脂的综合利用是一项很有经济效益的活动。工业羊毛脂色深、味臭, 应用范围受局限。由于我国溶剂价格较高, 用溶剂萃取法精制生产的产品售价可能会高于国外同类进口产品。用皂化分解的方法分离出羊毛脂醇和羊毛脂酸, 再进一步制备其衍生物是综合利用粗羊毛脂的有效途径。目前使用的皂化方法大多是用醇碱皂化<sup>[1~4]</sup>, 这些皂化方法存在着反应条件苛刻或皂化不彻底的缺陷。本文探索了用一种“均相皂化法”结合分子蒸馏手法精制羊毛脂醇和羊毛脂酸的工艺, 这种工艺具有操作简便特点, 容易放大成工业化生产规模。

### 1 实验

#### 1.1 试剂

工业羊毛脂(皂化值 80~106, 碘值 18~36, 酸值 9, 熔点 36~42℃, 外观呈深棕色膏状物); 氢氧化钠、磷酸、丙二醇、乙酸乙酯均为。

#### 1.2 仪器

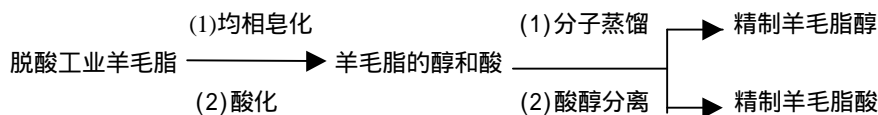
玻璃分子蒸馏, 由日本 Matsui Wire Netting Industry Co. LTD 生产。

---

张相年 男, 35 岁, 硕士, 药化工程师。主要从事药物合成和天然药物成分工作。

2001-05-08 收稿, 2001-10-22 修回

### 1.3 实验工艺路线



### 1.4 实验部分

1.4.1 工业羊毛脂脱去游离酸 用分子蒸馏脱去游离酸，脱酸条件是柱温度 200℃，体系真空度 0.5Pa。然后按标准方法<sup>[5]</sup>测定蒸馏前后工业羊毛脂的酸值。

1.4.2 羊毛脂的均相皂化 在装有回流冷凝器的三颈瓶中加入规定量脱酸工业羊毛脂，加入规定量的均相试剂丙二醇和氢氧化钠，油浴加热至 125℃，观察反应物料是否形成均相，维持反应 2h，加入足够的磷酸将氢氧化钠中和成  $\text{NaH}_2\text{PO}_4$ 。此时  $\text{NaH}_2\text{PO}_4$  作为固体盐沉在反应瓶底部。均相试剂丙二醇同反应物料分层，分出丙二醇。在柱温 100℃，真空度 0.5 Pa 下分子蒸馏脱去物料残余的丙二醇。在柱温 200℃，真空度 0.5 Pa 进行分子蒸馏，蒸馏出反应形成羊毛脂酸和羊毛脂醇。未皂化的羊毛脂不能蒸出，由此可计算出反应的程度。

1.4.3 羊毛脂酸和羊毛脂醇的分离 将经分子蒸馏的羊毛脂酸和羊毛脂醇混合物加入五倍(重量)的乙酸乙酯，维持物料温度  $50 \pm 5^\circ\text{C}$ ，在快速搅拌下滴加碱水溶液，碱的量足以中和其中的羊毛酸并过量 5%，充分搅拌混合后静置，分出下层皂层，再用水洗涤一次乙酸乙酯层，并将水洗层与皂层合并，皂层用 50% 硫酸酸化，加热至  $55 \pm 5^\circ\text{C}$  充分搅拌 10min，静置，分去水层，油层用水洗至中性，减压除去残留的溶剂和水，得到浅黄色的羊毛脂酸；乙酸乙酯层回收溶剂后得到淡黄色的羊毛脂醇。

1.4.4 羊毛脂酸和羊毛脂醇的酸值、羟基值的测定 按标准方法<sup>[5,6]</sup>测定羊毛脂酸和羊毛脂醇的酸值和羟基值。

## 2 实验结果与讨论

### 2.1 实验结果

2.1.1 羊毛脂的脱酸 工业羊毛脂酸的酸价是 8.4，经分子蒸馏后，蒸出物占物料量 5.3%，蒸余物酸价是 0.8，基本上将游离酸脱去。

2.1.2 羊毛脂的均相皂化 当均相试剂丙二醇用量是工业羊毛脂量 2、1、0.5、0.3 倍时，均能形成相皂化体系；当用量小于 0.3 倍时，反应物料不能形成均相反应体系。以 0.5 倍量为佳。

皂化用 NaOH 的量：当 NaOH 量是羊毛脂重量的 6%、9%、12% 时，按上述操作处理后在 200℃、0.5Pa 下进行分子蒸馏，蒸出物占物料比例分别是 74%、83%、96%，说明对应皂化率是 74%、83%、96%，即用量是羊毛脂皂化所需量 2 倍时，“均相皂化法”在 125℃，2h 反应能将羊毛脂基本完全皂化。

2.1.3 根据获得的羊毛脂酸、羊毛脂醇重量，其重量比例是 1:0.83。

2.1.4 羊毛脂醇、羊毛脂酸物化性质测定结果 本工艺的羊毛醇外观为淡黄色蜡状物，酸值 0.5，羟基值 153，稍具特殊气味。本工艺制得羊毛酸，外观为浅黄色膏状固体，稍具特殊气味，酸值 190。

## 2.2 讨论

用该工艺制得的羊毛醇无论是外观还是气味都比较理想,同日本技术标准要求熔点 45~75℃,酸值不超过 2,外观是淡黄棕色等指标相符。羊毛酸同样如此,满足外观是白色至淡黄色油膏状,熔点 35~40℃,酸值 175~200 等标准要求。按照本文工艺制得的羊毛醇可直接用于面霜、唇膏、乳液、整发喷雾剂等化妆品中,可用在霜膏类医院制剂中作为优秀的乳化稳定剂,也可用作中间体制备乙酰化羊毛醇、乙氧基化羊毛醇以及分离胆固醇。精制的羊毛酸可用于制备羊毛酸异丙酯和水溶性羊毛酯(乙氧基化羊毛酸酯)。

## 参考文献

- [1] 朱小康. 精细化工信息, 1991,10:1~5.
- [2] 方嘉坚. 日用化学工业, 1987, 6:23~27.
- [3] Sunde C J, Richey T B. USP: 3, 526, 647,1970.
- [4] Ault W C, Eisner A. USP:2, 824, 143,1958.
- [5] 宋国艾, 杨根源. 化妆品原料技术标准. 北京:中国轻工出版社,1994:403.
- [6] 宋国艾, 杨根源. 化妆品原料技术标准. 北京:中国轻工出版社,1994:407.