

工业废羊毛酸解工艺条件选择*

马建滨,李天才,索有瑞

(中国科学院西北高原生物研究所,西宁 810001)

摘要:毛发蛋白盐酸水解提取胱氨酸时,温度、毛酸比、时间等因素影响到毛发蛋白的水解率和产品胱氨酸的总收率。通过正交试验法,进行了废羊毛酸解工艺参数的试验研究,确定了最佳酸解工艺参数为:温度 105℃,毛酸比(W/V)1:1.7,连续水解时间 7.0 h。

关键词:工业废羊毛;酸解;工艺参数;正交试验

中图分类号:TS102.3

文献标识码:A

文章编号:1006-8376(2001)02-0044-03

羊毛含有丰富的胱氨酸等氨基酸营养成分,在青藏高原利用工业废羊毛是制取胱氨酸的最好毛发角质蛋白资源。随着现代科学技术的迅猛发展,天然氨基酸的应用范围日益扩大,其需求量也快速增长。而传统制取胱氨酸的人发、猪毛等蛋白资源量有限,远不能满足胱氨酸等氨基酸生产的需求。青藏高原是我国四大牧业区之一,有着丰富的羊毛资源,近年来由于人们追求毛纺产品的精品化、高档化,羊绒毛资源紧缺,大量的粗级毛相应过剩。因此,利用废羊毛制取胱氨酸是废羊毛蛋白资源的最佳应用。其盐酸水解工艺参数的试验、确定是胱氨酸制取工艺的基础^[1],因为羊毛酸解程度与工艺参数的最佳选择将直接影响到毛发蛋白的水解和产品胱氨酸的总收率^[2]。

1 材料和方法

1.1 试验材料

工业废羊毛,采自青海皮毛被服厂下脚料,经人工除杂等预处理后,备用。

盐酸,工业纯。

1.2 试验方法

依试验设计量取适量工业盐酸,称取废羊毛 100 g,置于 3000 ml 圆底烧瓶中,根据水解受控因素进行“正交法”试验设计^[3],通过调节电热板温度控制水解液温度,进行废羊毛盐酸水解试验。从羊毛蛋白完全溶解时开始计时,酸解 6.0 h 后每隔 1.0 h 取水解液 1.0 ml,采用碘量法^[4]测定胱氨酸含量,以下式计算工业废羊毛的水解率,分析其酸解效果、效率。

$$\text{水解率} = \frac{\text{胱氨酸含量} \times \text{水解液体积}}{\text{羊毛重量}} \times 100\%$$

2 结果与讨论

2.1 正交试验设计

毛发酸解时主要受水解温度、毛酸比例和水解时间等因素的影响^[5]。试验按表 1 设计为三因素二水平,考虑到因素间的交互作用,具体试验采用如表 2 所示的有交互作用的方案。

表 1 废羊毛酸解试验的因素水平

水平	温度 A/℃	毛酸比 B(W/V)	时间 C/h
1	115	1:1.7	6
2	105	1:2.0	16

* 收稿日期:2000-08-09
作者简介:马建滨(1965—),男,中科院西北高原生物所硕士研究生。

表2 工业废羊毛酸解试验的方案表

水平	温度 A/	毛酸比 B(W/V)	A ×B	时间 C/h	A ×C	B ×C
1	(1)115	(1)1 1.7	1	(1)6	1	1
2	(1)115	(1)1 1.7	1	(2)16	2	2
3	(1)115	(2)1 2.0	2	(1)6	1	2
4	(1)115	(2)1 2.0	2	(2)16	2	1
5	(2)105	(1)1 1.7	2	(1)6	2	1
6	(2)105	(1)1 1.7	2	(2)16	1	2
7	(2)105	(2)1 2.0	1	(1)6	2	2
8	(2)105	(2)1 2.0	1	(2)16	1	1

2.2 试验结果

根据试验设计方案进行试验。结果见表3~4。

表3 工业废羊毛酸解试验结果(1) %

时间/h	A ₁ B ₁	A ₁ B ₂	A ₂ B ₁	A ₂ B ₂	AB ₁
6	13.21	13.66	13.67	13.63	13.64
7	13.80	13.61	13.76	13.71	13.77
8	13.65	13.53	13.69	13.65	13.70
9	13.09	13.01	13.36	13.27	13.24
10	12.96	12.97	12.94	12.83	13.05
11	12.78	12.81	12.84	12.72	12.81
12	12.70	12.73	12.71	12.66	12.69
13	12.66	12.64	12.60	12.54	
14	12.49	12.50	12.48	12.45	
15	12.43	12.39	12.46	12.38	
16	12.37	12.31	12.41	12.34	

2.3 讨论

在表4、表5中,R是各因素的效应值。先看三个单因素,115 时的水解率为12.92%,而105 时的水解率为13.01%,可见用105 酸解比用115 酸解好;同样可看出,用1 2.0的毛酸比酸解比用1 1.7的毛酸比好;用6.0 h酸解比用16.0 h酸解好。由此可以得出一个优化条件:用1 2.0的毛酸比、105 温度酸解6.0 h(A₂B₂C₁)。这个酸解条件应用于生产实际,是否最优化呢?试验证明在A₂B₂C₁酸解条件下水解率为13.63%,见表3。从各因素的效应值看:缩短酸解时间,水解率提高1.20%、降

低温度则水解率提高0.09%、而增加毛酸比时水解率仅提高0.05%,可见通过增加毛酸比来提高水解率的实际意义不大,优化的主要因素在于缩短酸解时间,其次是降低酸解温度。再从三个因素间的交互影响看,B ×C为0.11、A ×B为0.09、A ×C为0.07,即缩短酸解时间与增加毛酸比为最好,降低温度与增加毛酸比次之,缩短酸解时间与降低温度影响较小。由表6,B₂C₁、A₂C₁的平均水解率均为13.65%,优化条件为A₂B₂C₁,即用1 2.0的毛酸比、105 温度酸解6.0 h为最优化酸解条件。

在实际应用中,缩短酸解时间与降低温度有利于生产,也是工艺优化所期望的酸解条件,而增加毛酸比的实际意义不大。因此,综合分析,考虑生产应用,酸解工艺参数优化为:毛酸比1 1.7,温度105 ,酸解时间6.0 h。

由表4可知各因素中酸解时间的效应值最大(R=1.21),是羊毛酸解的主要影响因素,缩短酸解时间,最有利于水解率的提高,见表5~7。当酸解时间缩短至6.0~8.0 h时,主要影响因素则为酸解温度,降低温度有利于提高水解率。为了进一步优化酸解工艺参数,又采用1 1.7的毛酸比、102 温度、时间为6.0~12 h的酸解,进行了试验验证,见表3(AB₁),酸解效果良好,7.0 h时间水解率最大为13.77%。

综合分析,羊毛酸解的最优化工艺参数为:毛酸比1 1.7、温度105 、时间7.0 h。

表 4 废羊毛酸解试验结果(2)

水平	温度 A/	毛酸比 B(W/V)	A ×B	时间 C/ h	A ×C	B ×C	水解率/ %
1	(1)115	(1)1 1.7	1	(1)6	1	1	13.32
2	(1)115	(1)1 1.7	1	(2)16	2	2	12.37
3	(1)115	(2)1 2.0	2	(1)6	1	2	13.66
4	(1)115	(2)1 2.0	2	(2)16	2	1	12.31
5	(2)105	(1)1 1.7	2	(1)6	2	1	13.67
6	(2)105	(1)1 1.7	2	(2)16	1	2	12.41
7	(2)105	(2)1 2.0	1	(1)6	2	2	13.63
8	(2)105	(2)1 2.0	1	(2)16	1	1	12.34
X ₁	51.66	51.77	51.66	54.28	51.73	51.64	
X ₂	52.05	51.94	52.05	49.43	51.98	52.07	
X ₁	12.92	12.94	12.92	13.57	12.93	12.91	
X ₂	13.01	12.99	13.01	12.36	13.0	13.02	
R	0.09	0.05	0.09	1.21	0.07	0.11	

表 5 A、B、C 搭配表

因素	水解率	因素	水解率
A ₁ C ₁	13.49	B ₁ C ₁	13.44
A ₁ C ₂	12.34	B ₁ C ₂	12.39
A ₂ C ₁	13.65	B ₂ C ₁	13.65
A ₂ C ₂	12.38	B ₂ C ₂	12.33

表 6 工业废羊毛酸解试验结果分析(1)

水平	温度 A/	毛酸比 B (W/V)	时间 C/ h	水解率/ %
1	(1)115	(1)1 1.7	(1)6	13.32
2	(1)115	(1)1 1.7	(2)12	12.70
3	(1)115	(2)1 2.0	(1)6	13.66
4	(1)115	(2)1 2.0	(2)12	12.73
5	(2)105	(1)1 1.7	(1)6	13.67
6	(2)105	(1)1 1.7	(2)12	12.71
7	(2)105	(2)1 2.0	(1)6	13.63
8	(2)105	(2)1 2.0	(2)12	12.66
X ₁	52.41	52.40	54.28	
X ₂	52.67	52.68	50.80	
X ₁	13.10	13.10	13.57	
X ₂	13.18	13.17	12.70	
R	0.08	0.07	0.87	

表 7 工业废羊毛酸解试验结果分析(2)

水平	温度 A/	毛酸比 B (W/V)	时间 C/ h	水解率/ %
1	(1)115	(1)1 1.7	(1)6	13.32
2	(1)115	(1)1 1.7	(2)8	13.65
3	(1)115	(2)1 2.0	(1)6	13.66
4	(1)115	(2)1 2.0	(2)8	13.53
5	(2)105	(1)1 1.7	(1)6	13.67
6	(2)105	(1)1 1.7	(2)8	13.69
7	(2)105	(2)1 2.0	(1)6	13.63
8	(2)105	(2)1 2.0	(2)8	13.65
X ₁	54.16	54.33	54.28	
X ₂	54.64	54.47	54.52	
X ₁	13.54	13.58	13.57	
X ₂	13.66	13.62	13.63	
R	0.12	0.04	0.06	

参考文献:

- [1] 冯圣玉,李新华,周玉芳,贝小来. 提高毛发酸解提取胱氨酸产率之工艺探讨[J]. 氨基酸杂志(现刊名:氨基酸和生物资源),1989,1:11~15.
- [2] 周锡良,丁桂梅,何其敏. 猪毛水解条件对胱氨酸水解得率的影响[A]. 武汉大学氨基酸研究室. 氨基酸学术论文集[C]. 武汉大学,1983.7~11.
- [3] 李茂年,周兆麟,数理统计学[M],天津人民出版社,1983.429~448.

(下转第 54 页)

cers studied here were throat cancer , aute non-lymphoblas He leukem ia (ANLL) and acut lymphoblastic leukemia (ALL) . The results indicated that ,

(1) the levels of Leu , Lys , Ser Asn ,Ile ,Gly ,and Thr were obviously decreased whealse the levels of orn , Trp evidently increased in cultural liquid of throat cancer cell line (Hep) indicating that the growth of Hep cell consumed 7 amino acids and released 2 amino acids into cultural liquid.

(2) the levels of Glu , Gls , Leu , Phe , Tyr and Trp were evidently increased while the levels of Thr , His , Ala decreased in plasma from patient with ANLL . These results were consistent with the previous report .

(3) the levels of Gly , Trp and Phe in plasma from patients with ANLL evidently decreased and the levels of Ala , His increased after therapy indicating that cancer cells were growing in an anaerobic catabolism state. The levels of Trp and Phe decreased while His increased , which is favourable for prognosis.

(4) The levels of Phe , Lys , Trp and Tyr increased in plasma from patient with ALL implied that those amino acid could promote the growth of cancer cells. The concent of Asn , Gln and Asp in plasma from patient with ALL decreased implying that cancer cells grew on these amino acids. Level of Arg in periphery lymphocytes of patient with ALL increased. This might be an evidence that Arg could Kill and wound cancer cells indirectly.

Key Words : cancer ;Free-Amino Acid ; ANLL ; ALL

(上接第 46 页)

[4] 瞿彩莉,等. 化学试剂标准大全,[M]. 化学工业出版社,1995. 466 ~ 467.

氨酸的工艺参数的改进[J]. 氨基酸和生物资源, 1998,20(3) :13 ~ 16.

[5] 贾晓波,张新法,高满平. 水解工业废羊毛提取胱

Optimization of Hydrolysis of Waste Fleece with HCL of Acid Hydrolysis Waste Pleece

MA Jian - bing LI Tian - cai SUO You - rui

(Northwest Plateau Institute of Biology , The Chinese Academy of Sciences , Xining ,810001)

Abstract : Several Parameters ,such as the temperature , the ratio of fleece to HCL ,and the lasting time of hydrolysis were optimized with orthogonal method. It was found that the optimal procedure parameters were 105 , 1 1.7 fleece to acid and the acid hydrolysis lasting for 7.0 h.

Key Words : Waste fleece , Acid hydrolysis , Technical parameter , Ort hogonal test