

红麻粗纱酶解效果测定及其分析

郑来久^{1,2}, 张宁²

(1. 东华大学 纺织学院, 上海 200051; 2. 大连轻工业学院 纺织工程系, 辽宁 大连 116034)

摘要 对红麻韧皮纤维经生物酶—浴法脱胶改性处理后, 运用咪唑比色法测定红麻粗纱果胶和木质素的残留量, 定量测定果胶的去除率。分析了酶浓度、温度、pH 值和作用时间对酶解后果胶及木质素去除率的影响。实验表明, 复合酶对红麻粗纱中果胶和木质素去除效果较好, 所得纤维质量明显改善。

关键词 红麻粗纱; 酶解; 果胶; 木质素

中图分类号: TS 123 文献标识码: A 文章编号: 0253-9721(2005)04-0059-03

Research on kenaf pectin detection after bio-scouring

ZHENG Lai-jiu^{1,2}, ZHANG Ning²

(1. College of Textile, Donghua University, Shanghai 200051, China;

2. Department of Textile Engineering, Dalian Institute of Light Industry, Dalian, Liaoning 116034, China)

Abstract After degumming and modifying the kenaf bast fiber, galacturonic monohydrate was applied to detect the remnants of kenaf roving's pectin and lignin after the bio-scouring, and the removing rate of pectin was also determined quantitatively. Influencing factors such as concentration, temperature, pH value and action time that have the effect on the remnants of pectin and lignin were analyzed. The experiments indicate the compound enzyme act on the pectin and lignin of kenaf roving and fiber quality is obviously improved to be compared with other methods.

Key words kenaf roving; bio-scouring; pectin; lignin

红麻湿法纺纱粗纱酶解目的在于去除杂质, 提高纤维的分离度和可纺性, 处理后红麻纤维中果胶、木质素去除率是重要评价指标^[1]。本文对红麻韧皮纤维经生物酶—浴法脱胶改性处理和粗纱酶解后^[2-5], 采用咪唑比色法定量测定果胶的去除率, 并分析确定了红麻酶解工艺中影响因素。同时, 电子显微镜扫描照片表明, 与其它方法相比, 酶解后纤维质量有明显改善。

1 实验部分

1.1 材料与仪器

红麻粗纱, 721 分光光度计, 50 mL 比色管, 芯漏斗, 直形冷凝器, 圆底烧瓶, 锥形烧瓶, 蒸馏头, 接引管, 酒精灯, 铁架台。

1.2 药品试剂

无水乙醇, 咪唑化学纯, 锌粉, 氢氧化钾, D-半乳糖醛酸, 硫酸。

1.3 工艺流程

预处理 → 加入果胶复合酶、JH-VHF35 螯合剂、JFC 渗透剂 → 保温 → 加双氧水、硅酸钠 → 升温至气

蒸温度 → 保温 → 冷水洗 → 酶洗。

1.4 测试方法

1.4.1 果胶曲线图的绘制 1) 配置 0.15% 咪唑乙醇溶液。称取化学纯咪唑 0.15 g, 溶解于精制乙醇中并定容到 100 mL, 咪唑溶解缓慢, 需加以搅拌。

2) 精制乙醇。取无水乙醇 1 000 mL, 加入锌粉 4 g, 硫酸(1:1) 4 mL, 在水浴中回流 10 h, 用全玻璃仪器蒸馏, 馏出液每 1 000 mL 中加锌粉和氢氧化钾各 4 g, 重新蒸馏一次。

3) 配置半乳糖醛酸标准溶液。称取半乳糖醛酸 100 mg, 溶于蒸馏水并定容到 100 mL, 用此液配置一组浓度为 10 ~ 70 μg/mL 的半乳糖醛酸标准溶液。

4) 标准工作曲线的绘制。取 8 支 50 mL 比色管, 各加入 12 mL 浓硫酸, 置于冰水浴中, 边冷却边缓缓依次加入浓度为 0, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70 μg/mL 的半乳糖醛酸标准溶液 2 mL, 充分混合后, 再置冰水浴中冷却, 然后在沸水浴中加热 10 min, 用流动水迅速冷却至室温, 各加入 0.15% 咪唑试剂 1 mL, 充分混合, 置室温下放置 30 min, 以 0 号管为空白在 530 nm

波长下测定吸光度,绘制标准工作曲线。

1.4.2 果胶含量测定 采用 EDTA 稀溶液提取果胶,用称量瓶称取约 1.5 g 剪碎的红麻纤维粉末,置于烘箱内于 (105 ± 3) °C 烘至恒重,用分析天平精确称取 1.2 g 左右。将 0.5% EDTA 溶液 60 mL 加入到粉末中,于 100 °C 处理 1 h 后用 3 号砂芯漏斗过滤,热水洗涤 4~5 次,滤液加水定容至 200 mL。取滤液 1 mL 置于已有 6 mL 98% 浓硫酸的带塞试管中,摇匀后置沸水中煮 20 min,经冷水冷却,加入 0.5 mL 1.5 g/L 吡唑酒精溶液,摇匀放置 2 h,以空白溶液作为参比液,用分光光度计于 530 nm 测定溶液吸光度,并在半乳糖醛酸制定的标准曲线中查果胶的含量为 $G_{\text{样品}}$ 。

$$\text{果胶含量} = \frac{C_{\text{样品}} \times \text{提取液定容的毫升数}}{10^6 \times W} \times 1.37 \times 100\%$$

其中 1.37 为半乳糖醛酸换算为果胶的系数^[6]。

1.4.3 木质素含量测定 将 15 mL 72% 的硫酸注入到已烘至恒重为 1.2 g 左右的纤维粉末中,于 20 °C 恒温处理 4 h,期间不时用玻璃棒挤压纤维使之完全溶解,加水 100 mL 放置过夜,利用已知质量的 2 号砂芯漏斗过滤,并用热水冲洗 4~5 次,置于烘箱中于 (105 ± 3) °C 烘至恒重,后用分析天平称量。计算木质素含量:

$$\text{木质素含量} = (W_3 - W_2) / W_1 \times 100\%$$

式中, W_3 为砂芯漏斗与木质素的恒重质量; W_2 为砂芯漏斗的恒重质量; W_1 为纤维粉末的恒重质量^[7]。

2 结果与讨论

考察红麻粗纱前处理的效果有多种指标,如润湿性、减量率、断裂强力、白度等,本文重点研究生物酶前处理后红麻粗纱上含有果胶和木质素的情况。

2.1 半乳糖醛酸标准曲线的绘制

为了使每次测定均有参照标准,因此要作标准曲线,以简化实验过程。以 OD_{520} 为横坐标,半乳糖醛酸毫克数为纵坐标,绘制标准曲线如图 1,从而得出半乳糖醛酸的标准曲线。通过每次分光光度计的读数,查得对应的浓度即可。

2.2 生物酶用量对红麻粗纱酶解效果影响

采用果胶复合酶在不同浓度条件下对红麻粗纱进行酶解处理,结果见表 1。

表 1 表明用生物酶前处理,能够去除一部分红麻纤维上的果胶和木质素,并随着酶浓度的增加,果胶和木质素的去除量有增加的趋势,但增加不很明

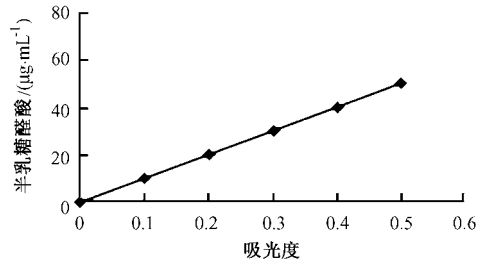


图 1 半乳糖醛酸标准曲线

显。由于红麻粗纱结构疏松,生物酶处理去除杂质的绝对量也相对多一些。

表 1 生物酶用量对红麻粗纱酶解效果影响

生物酶用量/(g·L ⁻¹)	粗纱果胶含量/%	粗纱木质素含量/%	果胶去除率/%	木质素去除率/%
0.002	72	10.8	28	89.2
0.004	48	8.25	52	91.75
0.006	39	3.25	61	96.75

2.3 时间对红麻粗纱酶解效果影响

采用果胶复合酶在不同处理时间条件下对红麻粗纱进行酶解处理,结果见表 2。

表 2 时间对红麻粗纱酶解效果影响

时间/min	粗纱果胶含量/%	粗纱木质素含量/%	果胶去除率/%	木质素去除率/%
40	74	9.33	26	90.76
50	76	12.92	24	87.08
60	51	7.42	49	92.58

表 2 表明处理时间越长,果胶与木质素去除率越高。这是因为处理时间越长,酶蛋白分子越能充分进入果胶、木质素分子链间,结合就越充分。处理时间的影响比生物酶用量的影响要大。

2.4 温度对红麻粗纱酶解效果影响

采用果胶复合酶在不同处理温度条件下对红麻粗纱进行酶解处理,结果见表 3。

表 3 温度对红麻粗纱酶解效果影响

温度/°C	粗纱果胶含量/%	粗纱木质素含量/%	果胶去除率/%	木质素去除率/%
55	48	12	52	88
60	45	9.58	55	90.42
65	37	8	63	92

表 3 表明温度越高,处理效果越好。温度高时,酶活力相对就高,分子间相互渗透比较完全,反应较彻底。但温度不能过高,因过高的温度会引起酶的失活,甚至变性,从而失去其作为催化剂的作用。

2.5 pH 值对红麻粗纱酶解效果影响

采用果胶复合酶在不同 pH 值条件下对红麻粗纱进行酶解处理,结果见表 4。

表 4 表明,随着 pH 值的增大,果胶和木质素的

去除效果越来越好,说明碱性条件更适合酶解处理。不过由于酶本身有一最佳 pH 值范围,本文中 pH 值上限为 9.5,在酶的最佳 pH 值范围内。

表 4 pH 值对红麻粗纱酶解效果影响

pH 值	粗纱 果胶含量/ %	粗纱木质 素含量/ %	果胶 去除率/ %	木质素 去除率/ %
8.5	47	10.8	53	90.2
9	43	5.7	57	94.3
9.5	42	1.6	58	98.4

2.6 电镜分析

采用日本 JEOL 株式会社生产的数字化电子扫描显微镜(低真空 JSM5600LV 型)观察前处理工艺带来的形态变化。未处理的纤维表面有薄层覆盖,沿纤维轴向存在纵向条纹,电镜照片如图 2 所示。一浴法酶处理工艺对纤维表面的作用更活跃,导致薄层完全降解,可清楚观察到麻节,纤维表面光洁,电镜照片如图 3 所示。

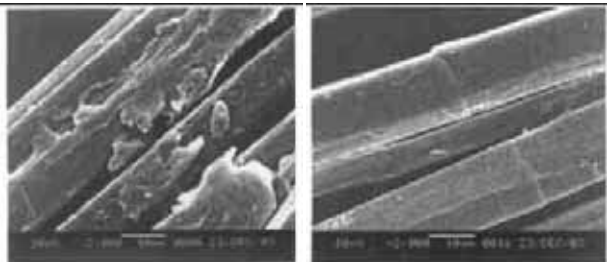


图 2 红麻粗纱纤维原样

图 3 一浴法酶解红麻粗纱

3 结 论

1) 生物酶浓度增加,除杂效果有所增加,但由

于考虑到成本,酶用量应适中。

2) 生物酶前处理时间越长,效果越好,但由于生产的连续性,时间也不可以无限期增加。

3) 生物酶前处理温度在选定的 3 个水平中,60 °C 为最好,但不是温度越高越好,因为酶是蛋白质,有其最佳使用温度,温度高易使酶变性失活。

4) 生物酶前处理的 pH 值在选定的 3 个水平中,pH 值为 9.5 为最好,因为酶的 pH 值作用范围很有限,所以不要超过酶的最佳 pH 值范围。

参考文献:

- [1] 郑喜群,刘晓兰,江洁. 亚麻生物脱胶新方法及其比较[J]. 纺织学报,2001,(4):31-33.
- [2] Zheng Laijiu, Du Bing. Mechanism of biological enzymatic single bath process degumming and modification for jute & kenaf bast fiber[A]. In: Donghua University eds. Proceeding of The Textile Institute 83rd World Conference[C]. Shanghai: The Textile Institute & Donghua University, 2004. 565-567.
- [3] 郑来久,刘剑宇. 黄红麻微生物脱胶影响因素及机理研究[J]. 东华大学学报,2004,30(3):66-69.
- [4] 郑来久,刘剑宇. 红麻全酶法脱胶工艺及机理研究[J]. 纺织学报,2004,25(1):46-48.
- [5] Zheng Laijiu, Zhang Ning. Mechanism and influencing factor analysis for scouring and bleaching of flax roving with compound pectin enzyme [A]. In: Donghua University eds. Proceeding of The Textile Institute 83rd World Conference [C]. Shanghai: The Textile Institute & Donghua University, 2004. 568-571.
- [6] 许安邦,林维宣,佟绍芳,等. 食品分析[M]. 北京:中国轻工业出版社,1994. 213.
- [7] 张健飞,江蕾,侯刚华,等. 红麻粗纱及织物酶精练探讨[J]. 染整技术,2002,(4):12-16.