

## 纳滤脱盐在 $\epsilon$ -聚赖氨酸分离提取中的应用

李芳良<sup>1,2</sup>, 何洪刚<sup>1,2</sup>, 马玉<sup>1,2</sup>, 毛忠贵<sup>1,2</sup>, 陈旭升<sup>\*1,2</sup>

(1. 江南大学 工业与生物技术教育部重点实验室, 江苏 无锡 214122; 2. 江南大学 生物工程学院, 江苏 无锡 214122)

**摘要:** 为了建立  $\epsilon$ -聚赖氨酸( $\epsilon$ -PL)分离提取过程中的纳滤脱盐方法,作者在纳滤膜种类筛选基础上,以模拟料液为研究对象,通过单因素实验优化了纳滤膜脱盐条件,并将其应用到离子交换洗脱液的脱盐中。研究表明,纳滤膜 SP800 在透过通量、 $\epsilon$ -PL 收率和脱盐率等指标上均最优,适合用于  $\epsilon$ -PL 脱盐;纳滤膜 SP800 脱盐条件为:料液 pH 值为 9.0,最大浓缩倍数对应  $\epsilon$ -PL 质量浓度为 100 g/L 左右,再加入去离子水以恒容渗滤方式脱盐,直到透过液电导率低于 300  $\mu$ S/cm 为止。该脱盐工艺处理 1 000 L  $\epsilon$ -PL 离子交换洗脱液时,脱盐率达到 96.43%, $\epsilon$ -PL 损失率 0.77%; $\epsilon$ -PL 纯度达到 98.21%,灰分为 1.02%。本研究是首次尝试纳滤用于  $\epsilon$ -PL 分离和提取过程脱盐,对  $\epsilon$ -PL 产业化生产具有一定的指导意义。

**关键词:**  $\epsilon$ -聚赖氨酸;纳滤;脱盐;渗滤

中图分类号:Q 819 文章编号:1673-1689(2019)11-0122-08 DOI:10.3969/j.issn. 1673-1689.2019.11.017

## Application of Nanofiltration in the Separation and Purification of $\epsilon$ -Poly-L-Lysine for Desalination

LI Fangliang<sup>1,2</sup>, HE Honggang<sup>1,2</sup>, MA Yu<sup>1,2</sup>, MAO Zhonggui<sup>1,2</sup>, CHEN Xusheng<sup>\*1,2</sup>

(1. Key Laboratory of Industrial Biotechnology, Ministry of Education, Jiangnan University, Wuxi 214122, China; 2. School of Biotechnology, Jiangnan University, Wuxi 214122, China)

**Abstract:** To develop the process of desalination in the separation and purification of  $\epsilon$ -poly-L-lysine ( $\epsilon$ -PL), the nanofiltration was used in this study. Firstly, several nanofiltration membranes were evaluated, then the operation parameters were optimized through one-factor-at-a-time experiment using model solution as object. Finally, the eluent of ion exchange step was desalinated by nanofiltration at the optimal condition. The results showed that SP800 was the best choice used for desalination in terms of permeate flux,  $\epsilon$ -PL retention ratio and NaCl removal ratio. Meanwhile, the optimal desalination conditions were as follows: the pH was 9.0, and the maximum  $\epsilon$ -PL concentration was concentrated to about 100 g/L, while the permeate conductivity was controlled less than 300  $\mu$ S/cm through adding deionized water. To evaluate the

收稿日期: 2017-01-21

基金项目: 国家自然科学基金项目(31671846)。江苏省产学研合作前瞻性联合研究项目(BY2016022-25)。

\* 通信作者: 陈旭升(1983—),男,博士,副教授,硕士研究生导师,主要从事发酵工程方面的研究。E-mail: chenxs@jiangnan.edu.cn

引用本文: 李芳良,何洪刚,马玉,等. 纳滤脱盐在  $\epsilon$ -聚赖氨酸分离提取中的应用[J]. 食品与生物技术学报,2019,38(11):122-129.

efficient of the developed desalination process, 1 000 L  $\epsilon$ -PL eluent of ion exchange step was employed for desalination by nanofiltration at the optimal condition. Finally, the NaCl removal ratio and the  $\epsilon$ -PL loss ratio were reached 96.43% and 0.77%, respectively; and the  $\epsilon$ -PL purity and ash content were attained 98.21% and 1.02%, respectively. This is the first report on the desalination of  $\epsilon$ -PL solution using nanofiltration, it would be helpful to the production of  $\epsilon$ -PL in industry.

**Keywords:**  $\epsilon$ -poly-L-lysine, nanofiltration, desalination, diafiltration

$\epsilon$ -聚赖氨酸( $\epsilon$ -poly-L-lysine, 简写  $\epsilon$ -PL)是以 25~35 个 L-赖氨酸为惟一单体聚合而成的一种同型氨基酸聚合物, 相对分子质量一般为 3 200~4 500。它具有水溶性好、热稳定性强、抑菌谱广和生物安全性高等特点, 从而成为一种优良的生物食品防腐剂, 被广泛应用于日本、韩国、欧美等国家食品工业中<sup>[1]</sup>。2014 年, 我国卫计委将  $\epsilon$ -PL 及其盐酸盐批准成为我国新型食品防腐剂并被纳入到国标 GB2760-2014<sup>[2]</sup>。此外,  $\epsilon$ -PL 还在医药、电子、材料等方面有着非常广泛的应用<sup>[3]</sup>。

微生物发酵法是目前大量获得  $\epsilon$ -PL 的惟一生产方法。然而, 发酵液成分复杂, 除了含有大量菌体细胞和未被消耗的培养基成分, 还含有菌体裂解物、代谢副产物、色素和胶体等。作者所在研究团队前期研究发现, 经过简单固液分离后,  $\epsilon$ -PL 质量分数仅为 20% 左右<sup>[4]</sup>。但是作为食品添加剂, GB2760-2014 要求  $\epsilon$ -PL 及其盐酸盐的纯度至少在质量分数 95% 以上<sup>[2]</sup>。因此, 如何从复杂的发酵液体系中低成本、高效率地分离纯化  $\epsilon$ -PL 及其盐酸盐就成为限制  $\epsilon$ -PL 产业化的关键。目前, 离子交换法被普遍应用于  $\epsilon$ -PL 的分离提取<sup>[5-7]</sup>, 它具有除杂能力强、产品回收率高等优势, 是一种非常有效的提取方法。但是, 用于离子交换解吸附的洗脱剂主要是 0.1~0.2 mol/L 盐酸、氢氧化钠或氨水, 这就为后续  $\epsilon$ -PL 精制步骤引入了大量的盐分(主要是酸碱中和反应产生的 NaCl)。然而, 目前关于如何去除  $\epsilon$ -PL 提取过程中的盐分却很少被报道。周斌等<sup>[8]</sup>利用截留相对分子质量为 4 000 的超滤膜对脱色后的洗脱液进行浓缩和脱盐, 但并未给出此步骤的脱盐效率和产品回收率等指标。

作者所在研究团队前期通过对发酵液中杂蛋白质去除方法<sup>[9]</sup>、脱色方法<sup>[10]</sup>、离子交换树脂选型<sup>[5]</sup>等方面的研究, 提出了一种从发酵液中分离提取  $\epsilon$ -PL 的方法<sup>[11]</sup>。但是该工艺所用的截留相对分子质量为

1 000 纳滤膜为板式膜, 而工业生产应用的多为性价比更高的卷式膜, 因此有必要筛选出合适的卷式膜来进行  $\epsilon$ -PL 离子交换提取液的脱盐研究。

纳滤(Nanofiltration)是介于反渗透和超滤之间的一种膜分离技术, 它是基于道南效应(电荷)和筛分(孔径)原理, 用于低相对分子质量产物浓缩和脱盐, 被广泛应用于水处理、食品加工<sup>[12]</sup>和生物分离<sup>[13]</sup>等行业。作者以  $\epsilon$ -PL 和 NaCl 制成的模拟料液为研究对象, 通过纳滤膜筛选、操作方式和操作条件优化, 确定了适合  $\epsilon$ -PL 料液脱盐的纳滤膜和操作条件, 并考察了纳滤膜应用于真实物料(离交洗脱液)情况下的脱盐效果。该研究是首次尝试纳滤用于  $\epsilon$ -PL 分离和提取过程的脱盐, 对  $\epsilon$ -PL 产业化生产具有一定的指导意义。

## 1 材料与方法

### 1.1 实验材料

实验选用的纳滤膜元件均为卷式膜, 相关技术参数见表 1。 $\epsilon$ -PL 购买于郑州拜纳佛生物工程有限公司, 该样品的  $\epsilon$ -PL 纯度为质量分数 98%。NaCl 和膜清洗用亚硫酸氢钠为分析纯, 购买于国药集团化学试剂有限公司。

表 1 膜性质

Table 1 Membrane properties

膜编号	生产厂家	材质	截留相对分子质量	最大耐受温度/℃	最大耐受压力/MPa	耐受 pH 范围
M8-29	Pentair	聚酰胺	600~800	50	1.0	2~12
SP800	SEPRO	聚酰胺	800	50	1.0	2~12
GE1K	GE	聚醚砜	1 000	50	2.7	2~12

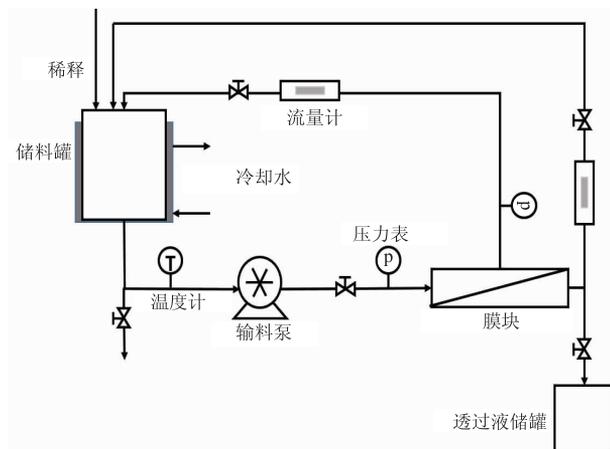
### 1.2 实验设备

膜分离系统由安徽普朗膜技术有限公司提供, 型号为 PL-D3-1812, 见图 1。三种纳滤膜面积均为 0.27 m<sup>2</sup>, 操作温度控制在 (25.0±1.0) °C 并由循环水

实现。实验过程中通过控制循环液节流阀,保持进口压力恒定在 1.0 MPa。循环液流量和渗透通量通过转子流量计读取。电导率仪 DDSJ-308A(上海仪电科学仪器股份有限公司)和 pH 计(瑞士 Mettler Toledo 公司)分别用于透过液电导率和料液 pH 值的测定。



(a) 膜分离系统



(b) 示意图

图 1 PL-D3-1812 膜分离系统设备及示意图

Fig. 1 PL-D3-1812 membrane system and its schematic diagram

### 1.3 实验过程

**1.3.1 膜的筛选** 影响膜分离性能的主要参数有料液状况(溶质浓度、pH 值、离子强度)、操作条件(跨膜压差、温度、循环流速)和膜结构及其表面特性等。这些参数的选择和优化对实际膜分离过程十分重要<sup>[14]</sup>。膜选型一般是将备选膜用于待分离体系,在不同操作条件下进行透过通量和溶质收率测试,选择较高透过通量和满意收率的膜用于后续实验。

为了模拟真实物料,配置体积为 10 L,  $\epsilon$ -PL 和

NaCl 质量浓度分别为 10 g/L 和 5 g/L 的溶液作为料液模拟液。在恒定的进口压力下(1.0 MPa),对三种纳滤膜在 pH 5.0、7.0、9.0 和 11.0 条件下采用间歇变容渗滤方式进行脱盐,具体过程见图 2。先将  $V_0=10$  L 模拟料液浓缩至 6 L ( $V_r$ , 6 L 为设备的运行死体积,低于 6 L 无法保持稳定的压力),随后加去离子水至料液初始体积  $V_0$ ,如此重复 5 次。收集透过液,测定  $\epsilon$ -PL 质量浓度和 Cl<sup>-</sup> 质量浓度,计算  $\epsilon$ -PL 损失率和脱盐率。

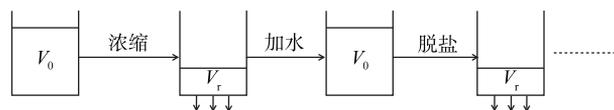


图 2 间歇变容渗滤操作流程示意图

Fig. 2 Process of desalination experiments at batch constant volume diafiltration condition

**1.3.2 操作模式的优化** 一般情况下,纳滤脱盐的操作模式包括两个步骤:浓缩、渗滤<sup>[15-17]</sup>。在浓缩阶段,随着产物质量浓度增加和溶液粘度上升,纳滤膜的浓差极化和膜污染会变得越来越严重,通量也会随之不断下降。因此,浓缩阶段将目标产品浓缩到何种质量浓度将影响到纳滤后续操作。以往纳滤脱盐研究,一般是通过考察不同浓缩倍数对脱盐效果的影响<sup>[18]</sup>。然而,由于工业生产中每批料液性质均会存在波动(如产物质量浓度和盐质量浓度),因此以固定产品质量浓度代替浓缩倍数来考察脱盐效果将更具有现实意义。作者通过将 100 L 的  $\epsilon$ -PL 模拟料液( $\epsilon$ -PL 和 NaCl 质量浓度分别为 10 g/L 和 5 g/L)分别浓缩到不同质量浓度(60、80、100 g/L),以考察不同  $\epsilon$ -PL 质量浓度对脱盐的影响。渗滤阶段是整个过程中脱盐最多的阶段,而此阶段需要加入大量透析水使得盐分随着透过液不断透过。为了减少渗滤时的耗水量,作者比较了间歇变容渗滤和连续恒容渗滤以及一次性添加三种不同的加水方式对脱盐效率的影响,具体操作过程见图 3。图 3 (a)为间歇变容渗滤,即当料液浓缩至 10 L 时,一次性加 5 L 去离子水进行脱盐,当透过液体积为 5 L 时再加 5 L 去离子水,如此反复直至脱盐结束;图 3 (b)为连续恒容渗滤,即当料液浓缩至 10 L 时,用连续流加去离子水,使去离子水的加入流量和透过液的流量保持一致,使储罐料液体积始终保持在 10 L 左右,直至脱盐结束;图 3(c)为一次性添加,当体积浓缩至 10 L 时,直接一次性加入 90 L 去离子水,待

浓缩至 10 L 体积时脱盐结束。

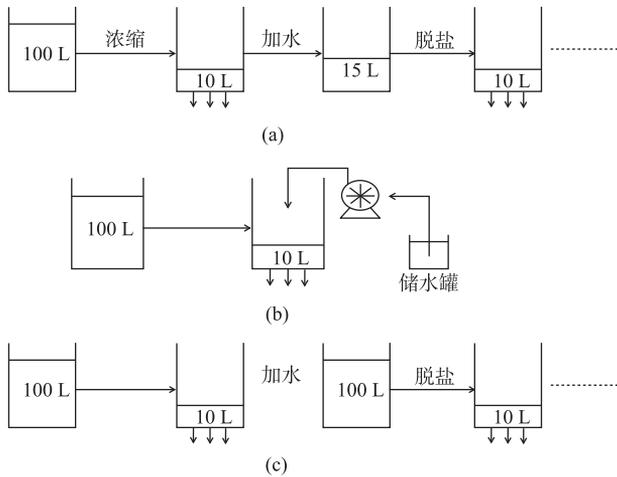


图 3 三种操作模式下脱盐过程示意图

Fig. 3 Diagram of three diafiltration methods

**1.3.3 离交洗脱液纳滤脱盐** 由于之前所用料液均为  $\epsilon$ -PL 模拟料液, 为了考察真实料液的脱盐情况, 将 1 000 L 离子交换洗脱液 ( $\epsilon$ -PL:9.09 g/L、NaCl:4.45 g/L) 进行纳滤脱盐实验。纳滤膜为 SP800, 膜面积为 26.5 m<sup>2</sup>, 进口压力保持为 1.0 MPa, 脱盐模式为先浓缩后渗滤, 由于每次离子交换后料液质量浓度不一, 将料液浓缩至所需的质量浓度, 随后根据优化出来的最优渗滤方法进行脱盐, 直至透过液电导率低于 300  $\mu$ S/cm 为止。收集透过液, 截留液分析数据。

### 1.4 分析方法

$\epsilon$ -PL 质量浓度的测定: 采用甲基橙法测定<sup>[20]</sup>; 灰分: 根据国标 GB 5009.4-2010 测定<sup>[21]</sup>; Cl<sup>-</sup>浓度: 通过硝酸银滴定方法测得<sup>[22]</sup>。

### 1.5 计算公式

膜通量  $J$  的计算方程为:

$$J = \frac{V_p}{A \times t} \quad (1)$$

式中, 膜通量  $J$  的单位为 L/(m<sup>2</sup>·h);  $V_p$  代表透过体积(L);  $A$  代表膜面积(m<sup>2</sup>);  $t$  代表时间(h)。

$\epsilon$ -PL 收率的计算公式为:

$$R_{\epsilon\text{-PL}} = \left(1 - \frac{c_p \times V_p}{c_f \times V_f}\right) \times 10\% \quad (2)$$

式中,  $c_p$ 、 $c_f$  分别为透过液和储料罐中的  $\epsilon$ -PL 质量浓度 (g/L),  $V_p$ 、 $V_f$  分别为透过液体积和储料罐中料液的体积(L)。

NaCl 的去除率的计算公式为:

$$R_{\text{NaCl}} = \left(\frac{c_p \times V_p}{c_f \times V_f}\right) \times 10\% \quad (3)$$

式中,  $c_p$ 、 $c_f$  分别为透过液和储料罐中的 Cl<sup>-</sup> 的质量浓度 (g/L);  $V_p$ 、 $V_f$  分别为透过液体积和储料罐中料液的体积(L)。

## 2 结果与讨论

### 2.1 不同操作压力下纳滤膜的纯水通量

图 4 显示的是, 纳滤膜 SP800、M8-29 和 GE1K 在不同操作压力下的纯水通量。由图 4 可知, 随着操作压力的增加, 三种纳滤膜的纯水透过通量均呈线性增加。在 0.1~1.0 MPa 范围内, 纳滤膜纯水通量大小排序为: SP800>M8-29>GE1K。其中, GE1K 纯水通量是同等压力下其他两种纳滤膜的 10% 左右。一般而言, 膜的纯水透过通量越大, 相同压力下单位膜面积的生产效率就越高, 也就越适用于实际的工业生产过程。由此可见, GE1K 不适用于  $\epsilon$ -PL 的脱盐。

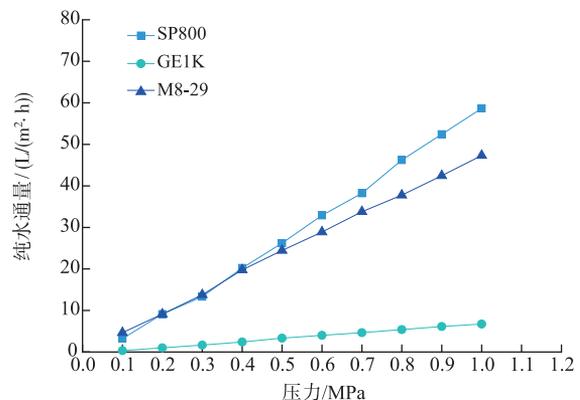


图 4 不同压力下纳滤膜的纯水通量

Fig. 4 Flux of membranes under different pressures

### 2.2 pH 值对 $\epsilon$ -PL 收率和 NaCl 去除率的影响

由于聚酰胺材质的纳滤膜一般荷负电荷, 而  $\epsilon$ -PL 则依据溶液 pH 值不同可以表现出带正电荷 (pH<9.0)、负电荷 (pH>9.0) 和净电荷为零 (pH=9.0)。因此, 有必要考察  $\epsilon$ -PL 在不同荷电情况下纳滤膜 SP800 和 M8-29 的脱盐状况, 结果见图 5。

由图 5(a) 可知, 在 pH 5.0~11.0 范围内, 两种纳滤膜对  $\epsilon$ -PL 均保持了较高的收率, 达到 91%~95%。由于  $\epsilon$ -PL 相对分子质量存在一定的分布范围 (3 200~4 500), 且纳滤膜有效截留相对分子质量为其自身截留相对分子质量的 5~8 倍, 这就造成了

$\epsilon$ -PL 收率达不到 100%。然而,两种纳滤膜的最大  $\epsilon$ -PL 收率所对应的 pH 值却不一致。纳滤膜 SP800 在 pH 9.0 时达到最大  $\epsilon$ -PL 收率(94.4%),纳滤膜 M8-29 在 pH 7.0 时达到最大  $\epsilon$ -PL 收率(92.9%)。造成这种差异的原因可能和不同厂家生产制造纳滤膜的工艺不同有关。在 NaCl 去除方面(图 5(b)), SP800 和 M8-29 保持了较高的一致性,均在 pH 9.0 时实现了最大的 NaCl 去除率,分别达到 88.6%和 82.3%。由于  $\epsilon$ -PL 等电点是 9.0,此时  $\epsilon$ -PL 结合钠离子和氯离子的能力最弱,这可能是造成 pH 9.0 是最适脱盐 pH 的根本原因。宋奇等<sup>[23]</sup>在研究乳清蛋白的纳滤脱盐过程中,也发现了当 pH 为乳清蛋白的等电点时脱盐效果最好。图 5(c)显示,SP800 和 M8-29 在 pH 5.0~11.0 范围内的膜通量分别稳定在 50、45 L/(m<sup>2</sup>·h),表明 pH 值对两种纳滤膜的膜通量影响不明显。综上所述,纳滤膜 SP800 在  $\epsilon$ -PL 收率、NaCl 去除率和膜通量上均优于 M8-29。在 pH 9.0 时,SP800 纳滤膜能够实现  $\epsilon$ -PL 收率 94.4%, NaCl 去除率 92.84%和膜通量 50 L/(m<sup>2</sup>·h)。因此,确定 SP800 纳滤膜用于后续实验。

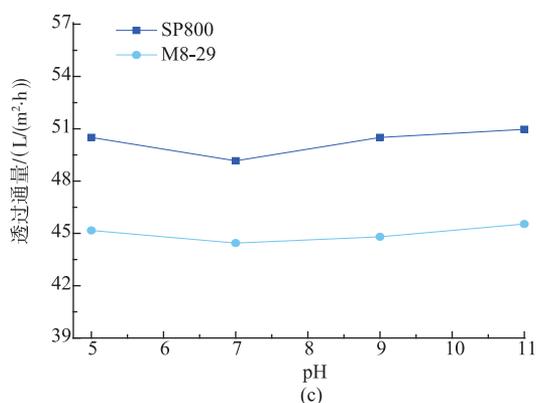
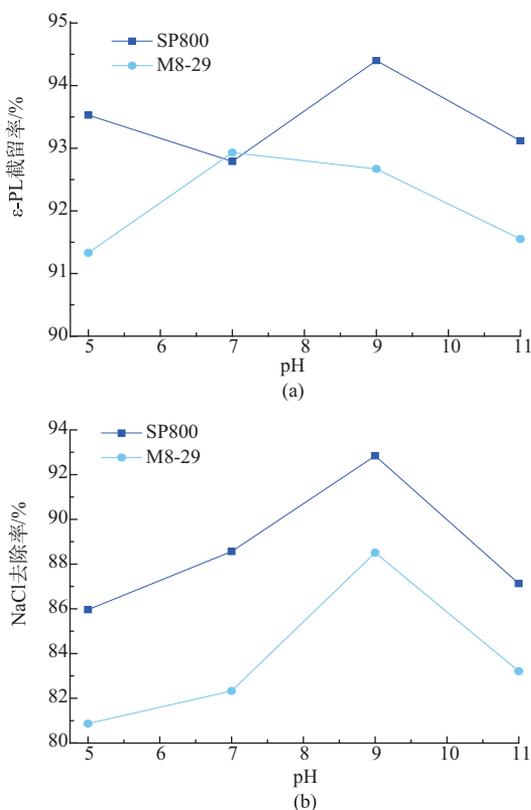


图 5 不同 pH 值对纳滤膜  $\epsilon$ -PL 收率、NaCl 去除率和透过通量的影响

Fig. 5 Effect of pH on nanofiltration membrane's  $\epsilon$ -PL rejection ratio, NaCl removal ratio and permeate flux

### 2.3 $\epsilon$ -PL 质量浓度对纳滤膜 SP800 渗滤脱盐过程的影响

纳滤操作一般包括浓缩和渗滤脱盐两个过程。在浓缩阶段,具体将产品浓缩到多少质量浓度比较合适,将影响到渗滤脱盐阶段的透析水用量和脱盐效率。因此,有必要考察不同质量浓度  $\epsilon$ -PL 在相同操作条件下的脱盐效果。如表 2 所示,将含有 10 g/L  $\epsilon$ -PL 和 5 g/L NaCl 模拟料液分别浓缩至  $\epsilon$ -PL 质量浓度为 60、80、100 g/L(对应的浓缩倍数分别为 6 倍、8 倍和 10 倍),考察其纳滤过程的用水量、用时、脱盐率和  $\epsilon$ -PL 回收率。由表 2 可知,随着浓缩倍数的升高,获得相同的脱盐效果所消耗的透析水量和用时均呈现显著下降趋势。当浓缩倍数达到 10 倍(即  $\epsilon$ -PL 质量浓度达到 100 g/L)时,透析水用量只有浓缩 6 倍时的 61.5%,用时也只有 58.0%。由此可见,浓缩倍数越高,脱盐效率就越高。图 6 显示的是,不同浓缩倍数条件下,恒容渗滤脱盐过程的渗透速率变化趋势。可以看出,浓缩倍数越低,渗透速率越高。当浓缩倍数达到 10 倍时,渗透速率最低,平均通量仅为 24 L/(m<sup>2</sup>·h)。值得注意的是,当浓缩倍数达到 10 倍时,膜通量衰减速率变慢且中后期基本趋于稳定。这是因为料液浓缩时,膜表面被截留的溶质质量浓度不断增加,浓差极化不断加强,特别是当料液质量浓度为 100 g/L 时,浓差极化比其他两个质量浓度更为明显,表现在渗滤时膜通量衰减更显著,但是随着渗滤的进行,浓差极化趋于稳定,从而使得膜通量维持在较低的水平。因此,在

纳滤浓缩阶段,  $\epsilon$ -PL 最高浓缩质量浓度为 100 g/L 左右。

表 2 不同  $\epsilon$ -PL 质量浓度下连续恒容渗滤脱盐参数

Table 2 Desalination parameters of continuous constant volume diafiltration at different concentrations of  $\epsilon$ -PL

$\epsilon$ -PL 质量浓度/(g/L)	用水量/L	用时/h	残余 NaCl 质量浓度/(g/L)	$\epsilon$ -PL 收率/%
60	65	9.3	0.82	98.4
80	50	6.5	0.79	98.9
100	40	5.4	0.80	99.1

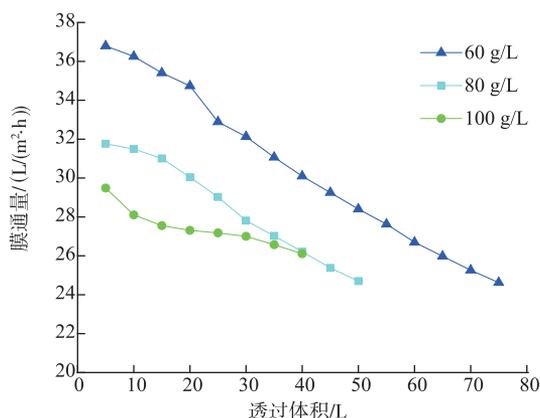


图 6 不同  $\epsilon$ -PL 质量浓度下连续恒容渗滤膜通量的变化

Fig. 6 Changes of permeate flux in continuous constant volume diafiltration at different concentrations of  $\epsilon$ -PL

### 2.4 透析水添加方式对纳滤膜 SP800 渗滤脱盐过程的影响

为了降低浓差极化现象和提高渗透速率,在纳滤的脱盐过程中向浓缩液中添加去离子水是一种

十分有效的方法<sup>[24]</sup>。表 3 列出了三种透析水添加方式(间歇添加、连续流加和一次性添加)对脱盐效率的影响。可以看出,在基本相同的脱盐效果下,连续恒容渗滤所消耗的去离子水量最少,操作时间最短且  $\epsilon$ -PL 回收率要好于其他操作。因此,连续恒容渗滤被确定为纳滤脱盐阶段去离子的最佳添加方式。

表 3  $\epsilon$ -PL 质量浓度为 100 g/L 时不同操作模式脱盐的比较  
Table 3 Comparison of desalination parameters at different operation methods under the  $\epsilon$ -PL concentration of 100 g/L

操作模式	用水量/L	用时/h	残余 NaCl 质量浓度/(g/L)	$\epsilon$ -PL 回收率/%
间歇渗滤	70	9.2	0.78	98.4
连续恒容渗滤	4	5.4	0.76	96.1
一次性添加	90	9.5	0.82	97.3

### 2.5 纳滤膜 SP800 在 $\epsilon$ -PL 分离提取工艺中的应用

为了评价纳滤膜 SP800 和脱盐方式对真实物料的脱盐效果,我们将纳滤膜面积放大到 26.5 m<sup>2</sup>,并用于处理 1 000 L 离子交换洗脱液,结果见表 4 和图 7。由图 7 可知,在纳滤浓缩阶段,随着料液的浓缩倍数增大,透过液电导率逐渐增加,由起始 6 mS/cm 上升到 12 mS/cm;但渗透速率却迅速下降,由 35 L/(m<sup>2</sup>·h)下降到 18 L/(m<sup>2</sup>·h)。在纳滤脱盐阶段,透过液电导率由最高值 12 mS/cm 迅速下降至 1 mS/cm,随后缓慢下降;渗透通量由 18 L/(m<sup>2</sup>·h)快速下降并稳定在 12 L/(m<sup>2</sup>·h)左右。由表 4 可知,纳滤脱盐过程中  $\epsilon$ -PL 损失率仅为 0.77%,脱盐率达到 96.43%。脱盐后的样品  $\epsilon$ -PL 纯度达到质量分数 98.21%,较脱盐前提升了 31.3%;干燥样品灰分为 1.02%,低于国标 GB2760-2014 灰分  $\leq 2.0\%$  的要求。

表 4 离子交换洗脱液纳滤脱盐实验结果

Table 4 Results of desalination experiment with the  $\epsilon$ -PL eluent of from ion exchange step

	$\epsilon$ -PL 质量浓度/(g/L)	体积/L	$\epsilon$ -PL 损失率/%	NaCl 质量浓度/(g/L)	$\epsilon$ -PL 纯度/%	脱盐率/%
离子交换洗脱液	9.09	1 000	-	4.45	66.91	-
浓缩液	89.69	59.1	-	-	-	-
去离子水顶洗液	41.89	76.8	-	-	-	-
去离子水洗涤液	6.68	75.2	-	-	-	-
纳滤后汇总	42.73	211.1	0.77	0.75	98.21	96.43

注:“-”为未检测。

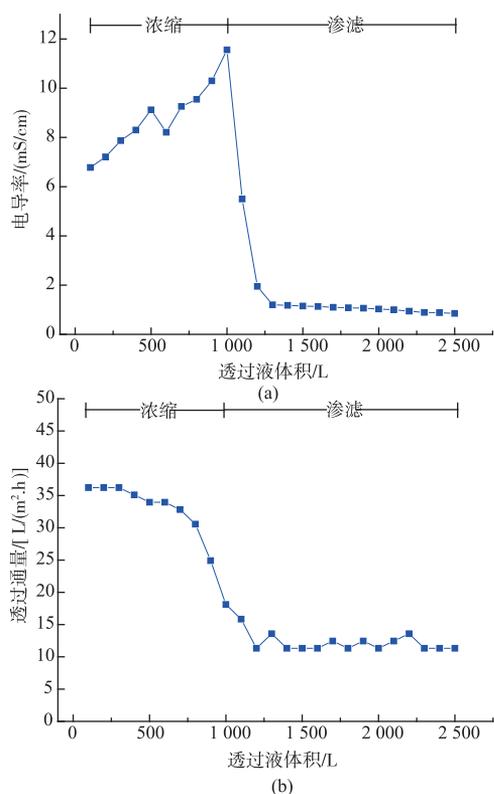


图 7 纳滤脱盐过程中电导率和透过通量变化

Fig. 7 Changes of conductivity and flux of permeate in the process of nanofiltration

### 3 结语

作者建立了利用纳滤膜对  $\epsilon$ -PL 分离提取过程中离子交换洗脱液进行脱盐的工艺。通过考察纯水透过通量、 $\epsilon$ -PL 收率和脱盐率，确定了纳滤膜 SP800 用于  $\epsilon$ -PL 脱盐研究；基于单因素实验优化，以模拟料液为研究对象，确定了纳滤膜 SP800 脱盐条件为：料液 pH 值为 9.0，最大浓缩倍数对应  $\epsilon$ -PL 浓度为 100 g/L 左右，再加入去离子水以恒容渗滤方式脱盐，直到透过液电导率低于 300  $\mu$ S/cm 为止。最后，将该脱盐工艺应用到 1 000 L 真实物料，实现脱盐率达到 96.43%， $\epsilon$ -PL 损失率 0.77%；冷冻干燥后的  $\epsilon$ -PL 样品纯度达到 98.21%，灰分为 1.02%，完全满足国标 GB2760-2014 对样品中  $\epsilon$ -PL 纯度和灰分的要求。

### 参考文献：

- [ 1 ] PANDEY A K, KUMAR A. Improved microbial biosynthesis strategies and multifarious applications of the natural biopolymer epsilon-poly-L-lysine[J]. *Process Biochemistry*, 2014, 49(3): 496-505.
- [ 2 ] GB 2760-2014, 食品安全国家标准食品添加剂使用标准[S].
- [ 3 ] SHUKLA S C, SINGH A, PANDEY A K, et al. Review on production and medical applications of  $\epsilon$ -polylysine [J]. *Biochemical Engineering Journal*, 2012, 65(7): 70-81.
- [ 4 ] CHEN XS, GAO Y, ZHEN B, et al. Separation and purification of  $\epsilon$ -poly-L-lysine from fermentation broth [J]. *Process Biochemistry*, 2015, 51(1): 134-141.
- [ 5 ] GAO Yang, HE Honggang, LI Fangliang, et al. Optimization and evaluation on adsorption and desorption of  $\epsilon$ -poly-L-lysine on amberlite irc-50 resins[J]. *The Chinese Journal of Process Engineering*, 2016, 16(4): 601-606. (in Chinese)
- [ 6 ] ZHANG Haitao, LI Yan, OU Jie, et al. Screening of resins available for separating  $\epsilon$ -polylysine from ferment broth[J]. *Chemical research and application*, 2008, 20(1): 108-112. (in Chinese)
- [ 7 ] ZONG Hong, ZHAN Yao, WU Xiang, et al. Ion exchange resin separation and purification of  $\epsilon$ -poly-L-lysine from the fermentation broth of streptomyces violaceusniger[J]. *Food Science*, 2011, 32(1): 131-134. (in Chinese)
- [ 8 ] 周斌, 周桂飞, 李增亮, 等. 一种提取  $\epsilon$ -聚赖氨酸及其盐的方法[P]. 中国专利: CN103159949A, 2013-06-19.
- [ 9 ] AI Tingting, CHEN Xusheng, LI Shu, et al. Frozen and thermal treatment on  $\epsilon$ -polylysine fermentation broth to remove protein[J]. *Science and Technology of Food Industry*, 2012, 33(19): 236-238. (in Chinese)
- [ 10 ] CHEN Xusheng, AI Tingting, ZHEN Bin, et al. Decolorization of  $\epsilon$ -Poly-L-lysine eluate by activated charcoal Ion exchange[J]. *China Food Additives*, 2013(5): 99-103. (in Chinese)

- [11] HAN Dai, CHEN Xusheng, ZHEN Bin, et al. Purification of a novel microbial food preservative  $\epsilon$ -polylysine from fermentation broth[J]. **Food and Fermentation Industries**, 2014, 40(6): 221-226. (in Chinese)
- [12] HAN Shaoqing, ZHAO Qin, PENG Qijun. Trehalose extraction by the technology of membrane separation[J]. **Journal of Food Science and Biotechnology**, 2005(2): 93-96. (in Chinese)
- [13] FENG Biao, WANG wen. Application of nanofiltration in purification of amino acid solutions[J]. **Journal of Food Science and Biotechnology**, 2006(4): 5-10. (in Chinese)
- [14] BIAN Xiaokai, LU Xiaofeng, SHI Liuqing. The progress status of protein ultrafiltration and surface modification of UF membrane [J]. **Membrane Science and Technology**, 2001, 21(4): 46-51. (in Chinese)
- [15] BOWEN W R, MOHAMMAD A W. Diafiltration by nanofiltration: prediction and optimization[J]. **AIChE Journal**, 1998, 44(8): 1799-1812.
- [16] CAPELLE N, MOULIN P, CHARBIT F, et al. Purification of heterocyclic drug derivatives from concentrated saline solution by nanofiltration[J]. **Journal of Membrane Science**, 2002, 196(1): 125-141.
- [17] WANG X L, ZHANG C, OUYANG P. The possibility of separating saccharides from a NaCl solution by using nanofiltration in diafiltration mode[J]. **Journal of Membrane Science**, 2002, 204(1-2): 271-281.
- [18] CHEN Hui, YI Ruizao, CHEN Junde, et al. Application of membrane separation in the desalination process of pilot fish scale collagen extraction[J]. **Science and Technology of Food Industry**, 2012, 33(21): 210-213. (in Chinese)
- [19] ITZHAKI R F. Colorimetric method for estimating polylysine and polyarginine[J]. **Analytical Biochemistry**, 1972, 50(2): 569-574.
- [20] GB 5009.4-2010, 食品安全国家标准食品中灰分的测定[S].
- [21] 李雪霏. 饮用水中常见几种微量元素的测定[D]. 长春: 吉林大学, 2015.
- [22] SONG Qi, PAN Kai, CAO Bing. Application of nanofiltration membrane in whey demineralization[J]. **Membrane Science and Technology**, 2011, 31(2): 100-103. (in Chinese)
- [23] 姚红娟. 纳滤膜法染料水溶液的脱盐浓缩及其过程模拟[D]. 北京: 清华大学, 2003.

## 科技信息

### 欧盟评估 3-植酸酶 FLF1000 作为猪饲料添加剂的安全性和有效性

2019年8月12日,据欧盟食品安全局(EFSA)消息,应欧盟委员会要求,欧盟动物饲料添加剂和产品(FEEDAP)研究小组就3-植酸酶(3-phytase)FLF1000作为猪育肥和小型猪种生长饲料添加剂的安全性和有效性发表科学意见。据了解,该添加剂含有的3-植酸酶是由转基因巴斯德毕赤酵母(Komagataella phaffii)生产的。研究发现该添加剂500 FTU/kg的添加量可能有效地改善猪养肥的磷利用率。

[信息来源]食品伙伴网. 欧盟评估 3-植酸酶 FLF1000 作为猪饲料添加剂的安全性和有效性 [EB/OL]. (2019-9-22). <http://news.foodmate.net/2019/08/529776.html>