

文章编号:1004-1478(2011)05-0060-05

# 酸解马铃薯淀粉-油酸复合物的制备

刘延奇<sup>1</sup>, 刘延娜<sup>1</sup>, 杨旭<sup>2</sup>

(1. 郑州轻工业学院 食品与生物工程学院, 河南 郑州 450002;

2. 中国农业大学 食品科学与营养工程学院, 北京 100083)

**摘要:**以酸解马铃薯淀粉和油酸为原料制备酸解马铃薯淀粉-油酸复合物,运用X-射线衍射(XRD)技术探讨了淀粉酸解时间、原料配比和淀粉浓度对复合物结晶的影响.结果表明:酸解马铃薯淀粉-油酸复合物为V-型结构,随着酸解时间的延长和原料配比的增大,衍射峰的强度越来越大,复合物的结晶结构越来越完整,但相互之间结晶度变化不明显,当原料浓度为2%时,所形成的复合物的结晶度最高,约为82.23%.

**关键词:**酸解马铃薯淀粉-油酸复合物;X-射线衍射;复合物结晶

中图分类号:O636.12

文献标志码:A

## Preparation of acid-hydrolyzed potato starch-oleic acid complex

LIU Yan-qi<sup>1</sup>, LIU Yan-na<sup>1</sup>, YANG Xu<sup>2</sup>

(1. College of Food and Bioeng., Zhengzhou Univ. of Light Ind., Zhengzhou 450002, China;

2. College of Food Sci. and Nutritional Eng., China Agri. Univ., Beijing 100083, China)

**Abstract:** The acid-hydrolyzed potato starch-oleic acid complex were prepared by using acid-hydrolyzed potato starch and oleic-acid. X-ray diffraction is used to investigate respectively effects of acid-hydrolyzed time, ligands ratio and starch concentration conditions. The results showed that acid-hydrolyzed potato starch-oleic acid is V-type, with extending acid hydrolyzed time and increasing ligands ratio, diffraction peak intensity increases and complex crystalline structure is more and more complete, but crystallinity does not change significantly. When raw material concentration is 2%, the crystallinity of the formed complex is approximately highest and about 82.23%.

**Key words:** acid-hydrolyzed potato starch-oleic acid complex; X-ray diffraction; complex crystalline

## 0 引言

淀粉颗粒由直链淀粉和支链淀粉2种主要成分

组成,在淀粉颗粒结构中,结晶区和无定形区交替排列,淀粉中的结晶部分一般由支链淀粉形成,直链淀粉则更多地形成了无定形区<sup>[1-3]</sup>.不同植物来

收稿日期:2011-05-25

基金项目:国家自然科学基金项目(21076201);河南省重点科技攻关项目(102102110103)

作者简介:刘延奇(1964—),男,河南省卫辉市人,郑州轻工业学院教授,博士,主要研究方向为天然聚合物改性及应用.

源的淀粉有不同的结晶度,一般为 15% ~ 45%。高结晶度的淀粉可由天然淀粉在低于其凝胶化温度(40 ~ 60 °C)下用无机酸处理一定浓度(质量百分比为 36% ~ 40%)淀粉浆一段时间得到(即淀粉酸解)<sup>[4]</sup>。

淀粉与配体的相互作用对淀粉基物料的性质产生很大的影响,国外一直都在进行这方面的研究,包括淀粉-配体复合物的形成条件、结构、作用原理以及对淀粉性质的影响等<sup>[5]</sup>。本文拟通过酸解马铃薯淀粉与油酸相互作用来制备复合物,并探讨制备条件对复合物结构的影响,以期进一步拓展淀粉结构和功能,为其广泛应用奠定基础。

## 1 实验

### 1.1 材料与仪器

材料:马铃薯淀粉,云南润凯淀粉有限公司产;盐酸,AR,天津市振兴化工试剂厂产;油酸,分析纯,天津市福晨化学试剂厂产。

仪器:BurkerD8 型 X-射线衍射仪,德国布鲁克公司产;SHC-II2 型循环水式真空泵,郑州长城科工贸有限公司产;ZD-85 气浴恒温振荡器,江苏金坛市医疗仪器厂产。

### 1.2 实验方法

**1.2.1 酸解马铃薯淀粉的制备** 将 10.0 g 马铃薯淀粉加入 100 mL 2.2 mol/L 的 HCl 水溶液中,配成淀粉悬浮液,置于 35 °C 的恒温培养箱中进行酸解。每隔一段时间取出一个样品,通过 G4 砂芯漏斗减压下抽滤,除去酸溶液,滤饼用去离子水抽滤洗涤直到 pH = 7。残余的固体物质用乙醇和丙酮抽滤淋洗 2 ~ 3 次,收集固体并在空气中晾干至平衡,称重,即可得到酸解马铃薯淀粉,储藏用于后续实验和测试。

**1.2.2 酸解马铃薯淀粉-油酸复合物的制备** 将 4.0 g 酸解马铃薯淀粉溶解于 25 mL 二甲基亚砜中,置于 90 °C 的水浴中充分溶解,并倒入 200 mL 热水,在电炉上煮沸 30 min,然后在 90 °C 的水浴中恒温平衡。配体按 1:4 的比例溶解在 20 mL 预热好的 95% 酒精中,然后缓慢地注入到淀粉溶液中,并充分混匀,放置 4 h。之后将复合物溶液缓慢冷却至室温并保持 12 h,再用高速冷冻离心机(8 000 r/min, 6 °C,

15 min)进行离心,弃去上清液,将沉淀的复合物自然晾干即可。

**1.2.3 X-射线衍射法** 取适量微晶淀粉粉末置于长方形铝片的孔中(孔大小为 15 mm × 20 mm,厚为 115 mm),随后压紧,用 BurkerD8 型 X-射线衍射仪测定,测试条件为:管压 3 kV,管流 20 mA,扫描速度 4°/min,扫描区域 5° ~ 35°,采样步宽 0.02°,扫描方式为连续,重复次数为 1。

## 2 结果与讨论

### 2.1 酸解时间对复合物结构的影响

图 1 是以分别酸解 6 h, 12 h, 24 h 和 96 h 的 4 种酸解马铃薯淀粉与油酸形成的复合物的 X-射线衍射图。表 1 为不同酸解时间的马铃薯淀粉-油酸复合物的 X-射线衍射分析表。

表 1 不同酸解时间的酸解马铃薯淀粉-油酸复合物的 X-射线衍射分析表

时间/h	特征衍射峰强度/cps			相对总面积	相对峰面积	相对结晶度/%
	8.0°	12.7°	20.0°			
6	-	52.95	221.69	1 614.95	1 090.34	67.52
12	118.49	165.84	395.66	2 161.94	1 505.61	69.64
24	-	216.50	529.36	3 678.41	2 504.41	68.08
96	37.11	241.62	580.92	3 438.45	2 462.62	71.62

从图 1 可知,不同酸解时间的马铃薯淀粉-油酸复合物的 X-射线衍射图中,各衍射曲线上的特征衍射峰位置大体一致,都在  $2\theta$  为 12.7° 和 20.0° 处出现明显的特征衍射峰, $2\theta$  为 7.4° 左右的衍射峰不明显。说明不同酸解时间不能改变复合物衍射峰的位置,它们均形成了典型的 V-型结构。由表 1 数据可知,V-型淀粉的特征峰随着酸解时间的增加,各衍射峰强度逐渐增大,但 4 种复合物的结晶度相差不大。从图 1 也可以看出,随着酸解时间的增加,衍射峰的强度逐渐增大,峰越来越尖锐。酸解 96 h 的马铃薯淀粉-油酸复合物衍射峰较尖锐,强度也较高,表明 V-型复合物的结晶完整性较好。

### 2.2 原料配比对复合物结构的影响

图 2 是酸解 96 h 的马铃薯淀粉与油酸在不同配比时得到的复合物的 X-射线衍射图谱。表 2 为不同配比的酸解马铃薯淀粉-油酸复合物的 X-射线衍射图分析表。

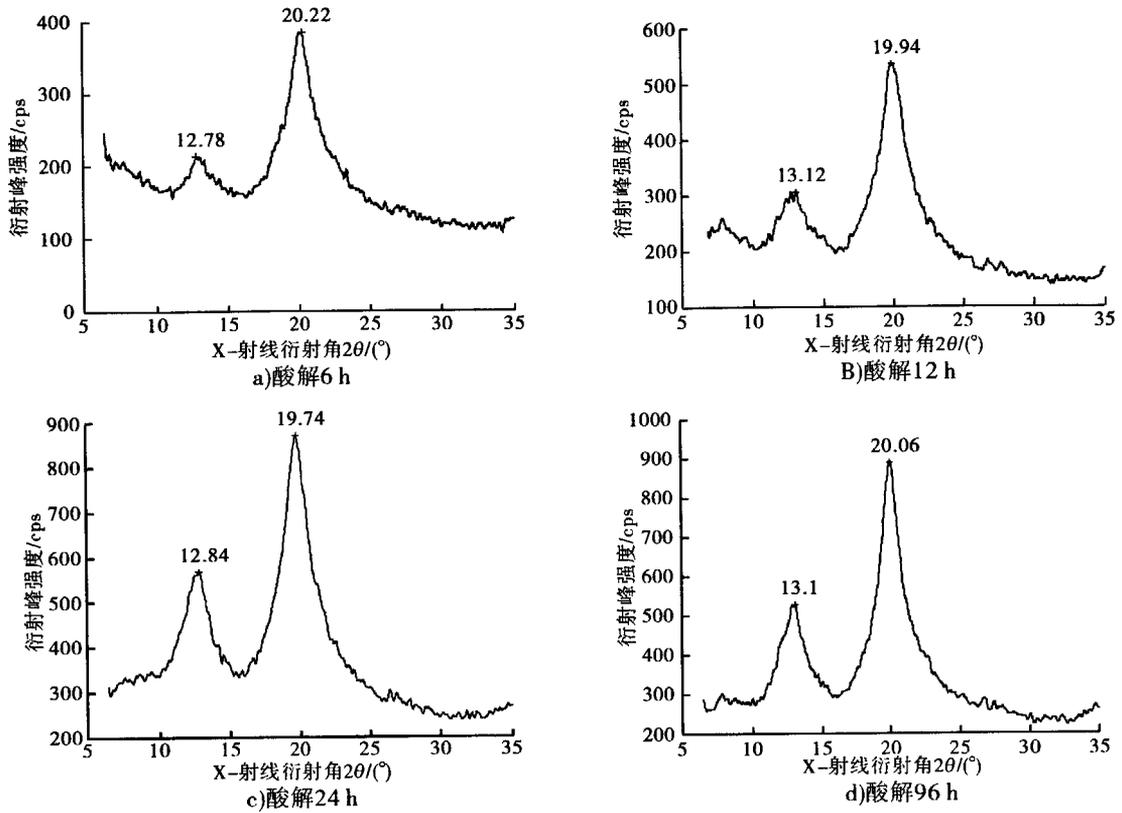


图1 不同酸解时间的酸解马铃薯淀粉-油酸复合物的X-射线衍射图

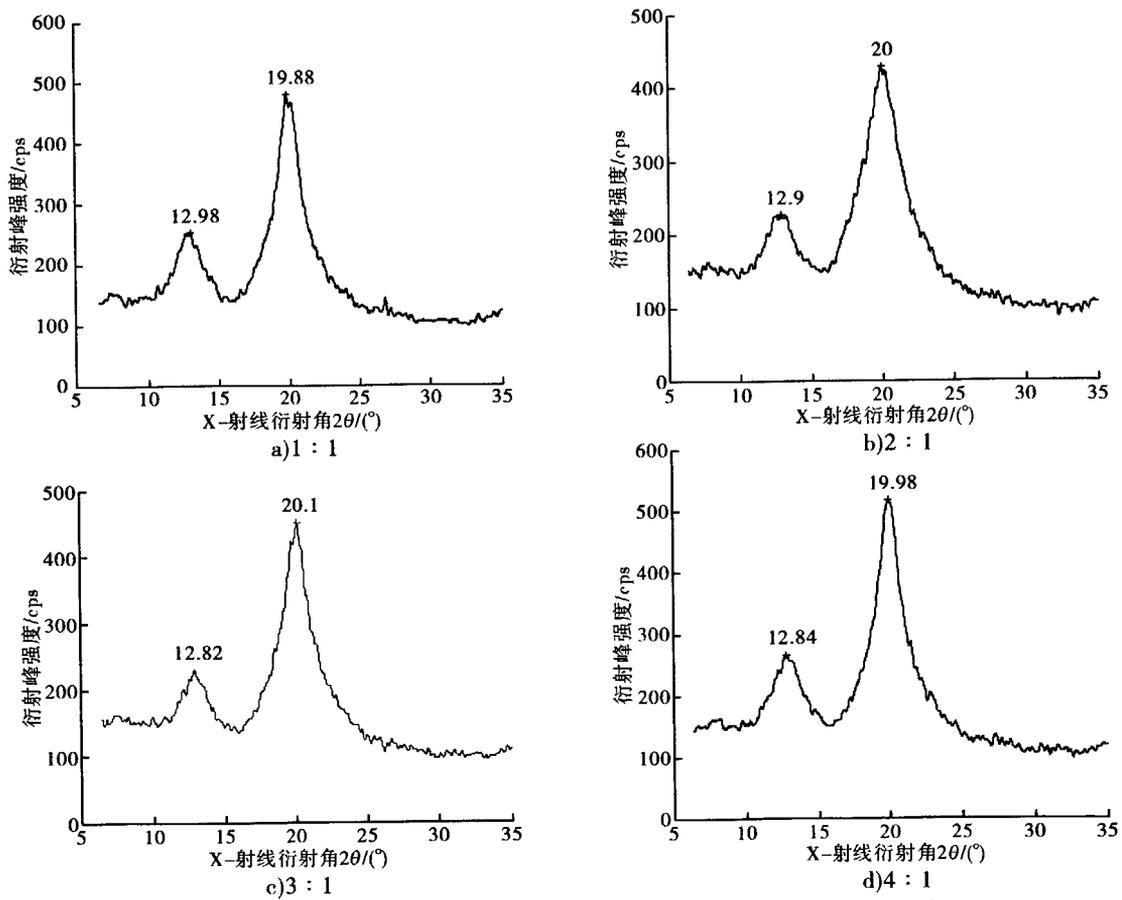


图2 不同配比的酸解马铃薯淀粉-油酸复合物的X-射线衍射图

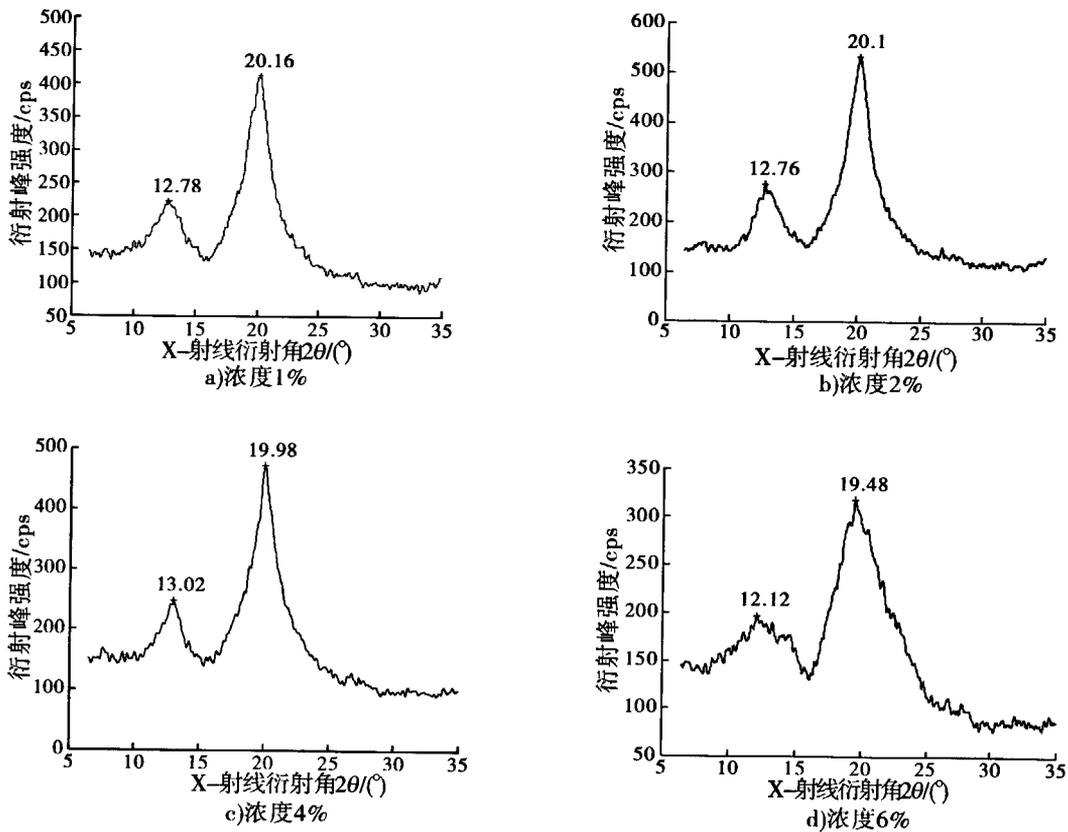


图3 不同浓度的酸解马铃薯淀粉-油酸复合物的X-射线衍射图

表2 不同配比的酸解马铃薯淀粉-油酸复合物的X-射线衍射图分析表

比例	特征衍射峰强度/cps			相对总面积	相对峰面积	相对结晶度/%
	7.4°	13.0°	19.8°			
1:1	21.40	109.73	333.78	1 663.79	1 199.99	72.12
2:1	20.20	80.52	281.59	1 709.21	1 274.91	74.59
3:1	20.20	88.45	308.44	1 448.59	1 119.77	77.31
4:1	19.86	113.02	359.69	1 800.92	1 394.93	77.46

从图2可知,4条曲线都在 $2\theta$ 为 $7.4^\circ$ , $13.0^\circ$ , $19.8^\circ$ 处出现较明显的特征衍射峰,表明原料配比的差异不改变衍射峰的位置,随着配比的增加,衍射峰的强度逐渐增大,峰越来越尖锐.在4条衍射图谱中,淀粉与油酸配比为4:1的样品的衍射峰较尖锐,强度也最高.表2数据也显示,V-型淀粉复合物的特征峰随着配比的增加,峰强度增大,原料配比对复合物的结晶度影响不大.

### 2.3 原料浓度对复合物结构的影响

图3是以酸解96h的马铃薯淀粉为原料,淀粉与油酸配比为4:1,溶液浓度分别为1%,2%,4%和6%时制备得到的复合物的X-射线衍射图谱.表3为不同浓度酸解马铃薯淀粉-油酸复合物的X-射

线衍射图分析表.

表3 浓度不同的酸解马铃薯淀粉-油酸复合物的X-射线衍射图分析表

浓度/%	特征衍射峰强度/cps			相对总面积	相对峰面积	相对结晶度/%
	7.9°	12.8°	20.1°			
1	-	133.91	325.44	1 561.76	1 216.24	77.90
2	16.13	131.13	396.78	1 835.35	1 509.16	82.23
4	25.82	95.83	331.63	1 719.45	1 317.47	76.61
6	-	57.77	190.60	1 502.72	1 148.83	76.43

从图3可知,不同浓度的酸解马铃薯淀粉-油酸复合物的X-射线衍射图各衍射曲线上的特征衍射峰位置大体一致,都在 $2\theta$ 为 $12.8^\circ$ 和 $20.1^\circ$ 处出现明显的特征衍射峰, $7.9^\circ$ 的衍射峰不明显,说明淀粉浓度不同不改变衍射峰的位置.浓度为2%的样品的衍射峰较尖锐,强度也较高,随着浓度增加,衍射峰的强度逐渐增大,峰越来越尖锐.表3数据也显示,V-型淀粉的特征峰的峰强与浓度变化有一定的关系.浓度为2%的衍射峰较尖锐,强度最高;随着浓度的增加,衍射峰的强度逐渐减小.从结晶度可以得出:浓度为2%时制得的马铃薯淀粉与油酸形成的复合物结晶度最高.

### 3 结论

以酸解马铃薯淀粉和油酸为原料制备了酸解马铃薯淀粉-油酸复合物,运用X-射线衍射技术对影响制备的酸解时间、原料配比和淀粉浓度进行考察,结果表明:酸解马铃薯淀粉-油酸复合物为V-型结构,随着酸解时间的延长和原料配比的增大,衍射峰的强度越来越大,复合物的结晶结构越来越完整,但相互之间结晶度变化不明显,当原料浓度为2%时,所形成的复合物的结晶度最高,为82.23%.

#### 参考文献:

- [1] 刘延奇,于九皋.微晶淀粉[J].高分子通报,2002

(6):24.

- [2] Anne Imberty, Serge Perez. A revisit to the three-dimensional structure of B-type starch[J]. Biopolymers, 1988, 27:1205.
- [3] Mervyn J M, Victor J M, Paul D O, et al. The roles of amylose and amylopectin in the gelation and retrogradation of starch[J]. Carbohydr Res, 1985, 135:271.
- [4] 孙秀萍,于九皋,刘延奇.不同淀粉的酸解历程及性质研究[J].精细化工,2004,21(3):202.
- [5] 缪鸣,江波,张涛.淀粉-脂质复合物的研究进展[J].现代化工,2007(S1):83.

(上接第55页)

理后的字符串进行连接作为输入.解码后的字符串去掉其中的转义字符后分解成不同的字段.

### 4 结论

PDF417编解码的COM组件不仅可用于食品安全回溯系统,还可以为其他的PDF417二维条码的应用提供方便的功能调用,缩短系统的开发周期,降低开发成本.本文所建食品安全回溯系统通过对食品整个生命周期的有效监控,可以为食品安全事件的处理提供有效支持,对系统稍加改进就可满足其他商品的类似管理需求.

#### 参考文献:

- [1] 王虎,朴红吉,吴振宇,等. Data Matrix 二维条码在票务系统中的应用与研究[J].计算机与数字工程,2008,36(3):154.
- [2] 窦勤颖,姚青.条码技术的发展及其应用[J].计算机工程与科学,2003,25(5):50.
- [3] 赵博,黄进.二维条码PDF417编号原理及其软件实现[J].包装工程,2007,28(1):96.
- [4] GB/T 17172,PDF417 国家标准[S].
- [5] 花蓓.PDF417二维条码编译算法的研究与实现[D].西安:西安理工大学,2007.
- [6] 潘爱民.COM原理与应用[M].北京:清华大学出版社,1999.