

# 交联淀粉的制备工艺研究

徐 忠, 周美琴, 杨 成

(哈尔滨商业大学食品工程学院, 黑龙江 哈尔滨 150076)

**摘 要:** 以玉米淀粉为原料, 三偏磷酸钠为交联剂, 制备轻度交联淀粉, 探讨三偏磷酸钠用量、pH 值、反应温度、反应时间对交联度即沉降积的影响; 并采用正交试验设计进行优化, 确定最佳工艺条件为: 三偏磷酸钠用量为淀粉干质量的 1.5%、反应时间 1.5h、反应 pH 值 10.25、反应温度 50℃。

**关键词:** 三偏磷酸钠; 交联; 玉米淀粉; 制备工艺

## Study on Preparation of Cross-linked Corn Starch

XU Zhong, ZHOU Mei-Qin, YANG Cheng

(College of Food Engineering, Harbin Commercial University, Harbin 150076, China)

**Abstract:** This study aimed at preparation of cross-linked corn starch with sodium trimetaphosphate as cross-linking agent. Effects of sodium trimetaphosphate the amount, pH, reaction temperature and time on degree of cross-linking were studied. Results showed that the optimal conditions for preparing cross-linked corn starch are sodium trimetaphosphate amount 1.5%, pH 10.25, time 1.5 h and temperature 50 °C.

**Key words:** sodium trimetaphosphate; cross-linked; corn starch; preparation technology

中图分类号: TS231

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2008)08-0027-03

交联淀粉是通过淀粉的醇羟基与交联剂的多元官能团形成二醚键或二酯键, 使两个或两个以上的淀粉分子之间“架桥”在一起, 生成具有多维空间网络结构的淀粉衍生物<sup>[1-3]</sup>。在交联淀粉的合成研究中, 最早使用的多官能团试剂是甲醛, 后来出现了环氧氯丙烷(表氯醇)、三氯氧磷、混合酞酸酐等。

随着国际对食品安全的重视, 人们开始发现三偏磷酸钠可作为安全无毒、无有害副产物且合成条件温和的一种很有效用的交联剂<sup>[4]</sup>。三偏磷酸钠与淀粉的反应产物主要是淀粉磷酸二酯, 其化学反应在碱性条件下发生, 反应速度适中, 易于控制。

本实验以玉米淀粉为原料, 三偏磷酸钠为交联剂, 制备轻度交联玉米淀粉, 以沉降体积作为指标, 对交联玉米淀粉的制备工艺进行研究, 以为交联玉米淀粉进一步开发利用提供理论参考。

## 1 材料与方 法

### 1.1 材料与试剂

玉米淀粉为黑龙江龙凤集团生产。

氢氧化钠、氯化钠、盐酸均为分析纯, 三偏磷酸钠为食品级。

### 1.2 仪器

JY1002 型电子天平、HZS-H 水浴振荡器、电热恒温鼓风干燥箱、SHZ-D(III)循环水式真空泵、80-2 离心机及 PH5-25 型数显 pH 计。

### 1.3 方法

#### 1.3.1 交联淀粉的制备

称取 100g 淀粉置于三角烧瓶中, 配成 40% 的淀粉乳, 加入 3g NaCl, 混合均匀后, 加入 1%~2% (相对于淀粉的质量比)三偏磷酸钠, 用 0.1mol/L NaOH 调节 pH 至 9.0~11.0, 于 40~50℃下反应 1~2h, 即得交联淀粉溶液, 用 0.1mol/L 盐酸调节 pH6.0~6.8, 过滤、洗涤、干燥得到产品。

#### 1.3.2 交联度(沉降积)的测定<sup>[5]</sup>

淀粉交联度同溶胀度存在着线性关系, 可以通过测定沉降积来间接表示淀粉交联度。准确称取 0.5g 绝干样品于 100ml 烧杯中, 配成 2% 的淀粉溶液。将烧杯置于 82~85℃水浴中, 稍加搅拌, 保温 2min, 取出冷却至

收稿日期: 2008-05-01

基金项目: 黑龙江省教育厅科研基金项目(11521055)

作者简介: 徐忠(1964-), 男, 教授, 博士, 研究方向为淀粉加工技术。E-mail: xuzh@hrbcu.edu.cn

室温。

用两支刻度离心管分别倒入 10ml 糊液，在 4000r/min 转速下离心 2min，取出离心管，将上清液倒入另 1 支同样体积的离心管中，计算沉降体积。

$$\text{沉降积(ml)} = 10 - V$$

式中，V 为清液的体积。

## 2 结果与分析

### 2.1 三偏磷酸钠用量对沉降积的影响

淀粉乳液浓度在 40%、反应 pH10、反应温度 50℃、反应时间 1.0h 的条件下，的条件下。不同三偏磷酸钠用量(相对于淀粉质量的比)的测定结果见图 1。

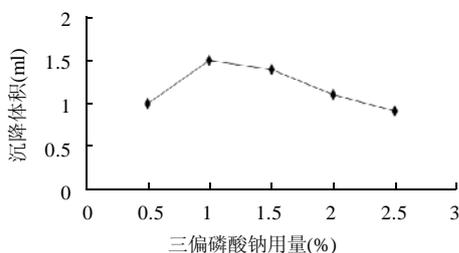


图1 三偏磷酸钠对沉降积的影响

Fig.1 Effects of sodium trimetaphosphate amount on sedimentation volume

由图 1 可知，随着三偏磷酸钠用量的增加，沉降积先增大再减小。由于淀粉颗粒中形成的二淀粉磷酸酯键随之增加，进而增加淀粉的颗粒结构，使得淀粉的溶胀受到抑制，导致沉降积变小。

### 2.2 反应 pH 值对沉降积的影响

玉米淀粉乳液浓度在 40%、三偏磷酸钠用量 1.5%、反应温度 50℃、反应时间 1.0h 的条件下。反应不同 pH 值的测定结果见图 2。

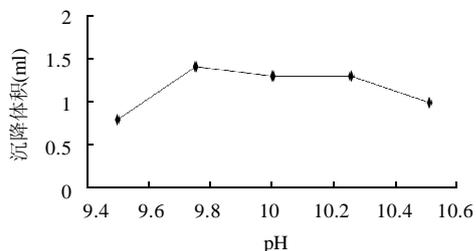


图2 pH 值对沉降积的影响

Fig.2 Effects of pH value on sedimentation volume

由图 2 可知，随着 pH 值的增大，沉降积先升高再降低。提高反应 pH 值后，磷酸交联反应加速，二淀粉磷酸酯键的增多，使得淀粉分子间形成化学架桥，增加了平均分子量，加强淀粉分子间氢键作用，增强了

淀粉的颗粒结构。由于颗粒结构的增强使得淀粉的溶胀受到抑制，沉降积变小。

### 2.3 反应温度对沉降积的影响

玉米淀粉乳液浓度在 40%、三偏磷酸钠用量 1.5%、反应 pH10、反应时间 1.0h 的条件下，反应不同温度的测定结果见图 3。

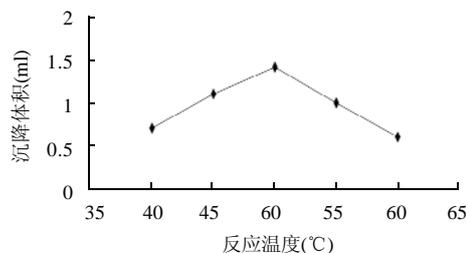


图3 反应温度对沉降积的影响

Fig.3 Effects of reaction temperature on sedimentation volume

由图 3 可知，当反应温度为 50℃时，产品沉降积最大，这是由于温度升高，分子运动加快，分子碰撞几率加大，反应加速，磷酸二酯键增加，反应升温后产品沉降积变小，当反应温度超过 55℃时，淀粉糊化严重。因此，选 40，45，50℃为正交试验的三个水平。

### 2.4 反应时间对沉降积的影响

玉米淀粉乳液浓度在 40%、三偏磷酸钠用量 1.5%、反应 pH10、反应温度 50℃的条件下，反应不同时间的测定结果见图 4。

由图 4 可知，当反应时间超过 2h 后，反应时间对产品沉降积影响减小。因此，选 1、1.5、2h，为正交试验的三个水平。

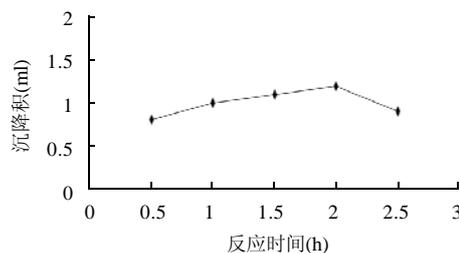


图4 反应时间对沉降积的影响

Fig.4 Effects of reaction time on sedimentation volume

### 2.5 正交试验因素水平设计

以沉降体积为试验考察指标，复合交联淀粉 L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>) 正交试验交试验因素与水平见表 1，正交试验方案与结果见表 2。

由表 2 中极差值 R 值可看出，四因素对交联淀粉沉降积影响的主次顺序为：pH 值 > 三偏磷酸钠用量 > 反

应时间>反应温度, 依据正交试验的统计计算可知优水平为  $A_2B_3C_2D_2$ 。确定制备交联淀粉的最佳反应条件: 三偏磷酸钠用量 1.5%, 温度 50℃, pH10.25 下反应 1.5h。

表1 交联淀粉正交试验因素与水平

Table 1 Factors and levels of orthogonal test on preparation of cross-linked corn starch

水平	因素			
	A 三偏磷酸钠用量(%)	B pH	C 反应温度(℃)	D 反应时间(h)
1	1	9.75	40	1
2	1.5	10	45	1.5
3	2	10.25	50	2

### 3 结论

影响复合交联淀粉沉降积的因素主次顺序为: pH 值>三偏磷酸钠用量>反应时间>反应温度。综合考虑确定制备交联淀粉的工艺条件为: 三偏磷酸钠用量 1.5%, 温度 50℃, pH10.25 下反应 1.5h。所制备的交联淀粉沉降体积为 1.2ml。

#### 参考文献:

- [1] TATTIYAKUL J, RAO M A. Rheological behavior of cross-linked waxy maize starch dispersions during and after heating[J]. Carbohydrate Polymers, 2000, 43: 215-222.
- [2] 王占忠, 刘钟栋, 陈肇铤, 等. 小麦交联淀粉的制备工艺研究[J]. 中

表2 正交试验设计与结果

Table 2 Orthogonal test design and results on preparation of cross-linked corn starch preparation

试验号	A	B	C	D	沉降体积(ml)
1	1	9.75	45	1	0.6
2	1	10	50	1.5	1.1
3	1	10.25	55	2	0.8
4	1.5	9.75	50	2	0.7
5	1.5	10	55	1	1
6	1.5	10.25	45	1.5	1.2
7	2	9.75	55	1.5	0.5
8	2	10	45	2	0.5
9	2	10.25	50	1	1
K <sub>1</sub>	0.833	0.600	0.767	0.867	
K <sub>2</sub>	0.967	0.867	0.933	0.933	
K <sub>3</sub>	0.667	1.000	0.767	0.667	
R	0.300	0.400	0.166	0.266	
优水平	A <sub>2</sub>	B <sub>3</sub>	C <sub>2</sub>	D <sub>2</sub>	

国粮油学报, 2004, 19(1): 26-30.

- [3] NAHESHIMA E H, GROSSMANN M V E. Functional properties of pregelatinized and cross-linked cassava starch obtained by extrusion with sodium trimetaphosphate[J]. Carbohydrate Polymers, 2001, 45: 347-353.
- [4] 高秀敏. 复合酯化淀粉的合成与应用[D]. 天津: 天津科技大学, 2006.
- [5] 刘亚伟. 淀粉生产及其深加工技术[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 2001.