

# 橡实淀粉多晶体系结晶度测定

谢碧霞, 谢涛

(中南林学院资源与环境学院, 湖南 株洲 412006)

**摘 要:** 运用广角 X-射线衍射分析方法对橡实淀粉的结晶结构进行了系统研究, 结果表明: 橡实淀粉粒是一种由非晶相、亚微晶相和微晶相三种结构所组成的多晶体系, 其结晶度分别为锥栗淀粉 34.88%、茅栗淀粉 35.12%、小红拷淀粉 35.23%、栓皮栎淀粉 35.31%、硬斗石栎淀粉 33.53%、星毛石栎淀粉 34.69%、美叶石栎淀粉 35.06%、长叶石栎淀粉 31.58%、云山青冈淀粉 33.83%、大叶青冈淀粉 32.11%。

**关键词:** 橡实淀粉; 多晶体系; 结晶度; X-射线衍射

## Determination on Crystallinity of Acorn Starch in Multi-Crystal system

XIE Bi-xia, XIE Tao

(College of Resources and Environment of CSFU, Hunan 412006, China)

**Abstract:** In this paper the crystalline structure of acorn starch granules were studied by means of X-ray diffraction examination. The results indicated that acorn starch granule was a kind of multi-crystal system made from crystal, sub-crystal and non-crystal, and that the crystallinities were 34.88% of *castanea henryi* starch, 35.12% of *castanea seguinii* starch, 35.23% of *castanopsis carlesii* starch, 35.31% of *quercus variabilis* starch, 33.53% of *lithocarpus hancei* starch, 34.69% of *lithocarpus petetii* starch, 35.06% of *lithocarpus calophylla* starch, 31.58% of *lithocarpus henryi* starch, 33.83% of *cyclobalanopsis nubium* starch and 32.11% of *cyclobalanopsis jenseniana* starch, respectively.

**Key words:** acorn starch; multi-crystal system; crystallinity; X-ray diffraction

中图分类号: TS235.5

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2004)01-0056-03

淀粉是一种天然多晶聚合物, 原淀粉粒的结构可以划分为非晶、亚微晶和微晶三种结构, 它们具有不同的 X-射线衍射特征及性质; 任何淀粉粒的物态组成都可以看成是由亚微晶、微晶和非晶态三者中的一种、两种或三种结构组合而成<sup>[1]</sup>。大量研究表明, 淀粉及其衍生物的结晶结构和结晶度大小直接影响着淀粉质产品的应用性能。因此, 关于淀粉及淀粉衍生物结晶性质、结晶度大小的研究, 近年来已成为淀粉化学研究的前沿课题之一<sup>[2~4]</sup>。本文对锥栗等 10 种橡实淀粉进行了 X-射线衍射研究, 结果证明橡实淀粉粒也是由非晶、亚微晶和微晶三种结构构成, 并且计算出了这三种结构所占的比例。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料

锥栗、茅栗、栓皮栎、硬斗石栎、星毛石栎、美

叶石栎、长叶石栎、云山青冈、大叶青冈和小红拷种子均采自湖南省南岳衡山, 按参考文献[5]的方法制备橡实淀粉, 供实验用。

### 1.2 方法

#### 1.2.1 淀粉 X-射线衍射分析

仪器 日本理学电机 3014 型自动 X-射线衍射仪。

采用粉末法测定橡实淀粉的 X-射线衍射曲线, 其测试条件为: 特征射线 CuK $\alpha$ , 石墨单色器, 管压 35 kV, 电流 20 mA, 衍射角度  $2\theta=5^\circ\sim55^\circ$ , 步长  $0.04^\circ/\text{步}$ , 扫描速度  $2^\circ/\text{min}$ , 采用辛普生求积公式计算累积衍射强度。

#### 1.2.2 淀粉结晶度的测定

按参考文献[6]的方法进行计算。

## 2 结果与分析

淀粉的非晶、亚微晶和微晶结构具有不同的 X-衍

收稿日期: 2003-05-14

基金项目: 湖南省自然科学基金重点项目(99JJ1004)

作者简介: 谢碧霞(1941-), 女, 教授, 博导, 研究方向为产品加工与天然植物资源开发利用。

表1 橡胶淀粉的X-射线衍射累积强度和结晶度

淀粉样品	累积衍射强度(cps)			结晶度(%)		
	微晶 $I_{C1}$	亚微晶 $I_{C2}$	非晶 $I_N$	微晶相	亚微晶相	晶相
锥栗淀粉	145.16	533.32	1266.59	7.46	27.42	34.88
茅栗淀粉	123.92	495.73	1144.63	7.02	28.10	35.12
小红栲淀粉	157.85	440.22	1103.93	9.27	25.96	35.23
栓皮栎淀粉	161.21	464.95	1146.87	9.09	26.22	35.31
硬斗石栎淀粉	198.11	428.62	1242.68	10.60	22.93	33.53
星毛石栎淀粉	196.17	424.68	1168.57	10.96	23.73	34.69
美叶石栎淀粉	180.70	472.48	1209.64	9.70	25.36	35.06
长叶石栎淀粉	176.95	457.63	1375.49	8.81	22.77	31.58
云山青冈淀粉	188.08	452.79	1253.81	9.93	23.90	33.83
大叶青冈淀粉	176.02	478.37	1383.56	8.64	23.47	32.11

射特征:微晶晶粒线度大,其广角X-射线衍射曲线表现出明显的尖峰特征;亚微晶晶粒线度小,由于宽化作用使其广角X-射线衍射曲线表现出类似非晶的弥散衍射特征;非晶相无长程有序只有短程有序,只能表现出弥散的X-射线衍射特征<sup>[7]</sup>。图1为锥栗等m种橡胶淀粉的完整的X-射线衍射曲线图谱,按文献[6]的方法,它们均可准确地划分山微晶、亚微晶和非晶三个衍射区,因此橡胶淀粉粒也是由非晶、亚微晶和微晶三种结构所组成的多晶体系。在图1中各种橡胶淀粉的广角X-射线衍射曲线图谱上,确定淀粉的非晶、微晶和亚微晶衍射区,分别对应图1(a)-(j)中的N、C和S三个区域,由这些区域可近似求出淀粉的绝对结晶度,其计算公式为:

$$X_C = \frac{I_C}{I_C + I_N} = \frac{I_{C1} + I_{C2}}{I_{C1} + I_{C2} + I_N}$$

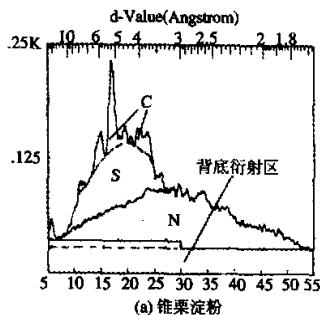
$$X_{C1} = \frac{I_{C1}}{I_{C1} + I_{C2} + I_N} \text{ 或 } X_{C2} = \frac{I_{C2}}{I_{C1} + I_{C2} + I_N}$$

式中:  $I_C$ 、 $X_C$  分别为淀粉结晶相的累积衍射强度和绝对结晶度,  $I_N$ 、 $I_{C1}$ 、 $I_{C2}$  分别为非晶相、微晶相和亚微晶相的累积衍射强度,  $X_{C1}$  和  $X_{C2}$  分别是微晶相和亚微晶相分率。

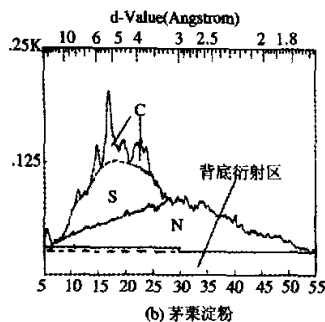
图1(a)-(j)中各衍射区的累积衍射强度及其相对比例,通过编程由X-射线衍射仪自动分析系统计算出各区的累积衍射强度和淀粉的结晶度,测定结果见表1。

由表1可看出,10种橡胶淀粉的结晶度比较接近,但它们的微晶相比例均较小,尤以锥栗淀粉和茅栗淀粉为最小。与文献[6]报道的玉米淀粉(微晶13%、晶相

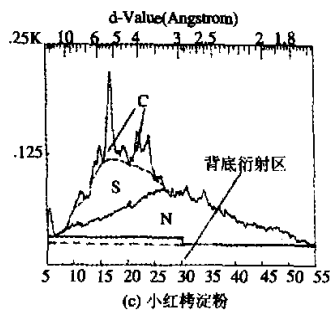
39%)、木薯淀粉(微晶14%、晶相37%)和糯米淀粉(微晶14%、晶相39%)相比,10种橡胶淀粉的亚微晶相比例相



(a) 锥栗淀粉



(b) 茅栗淀粉



(c) 小红栲淀粉

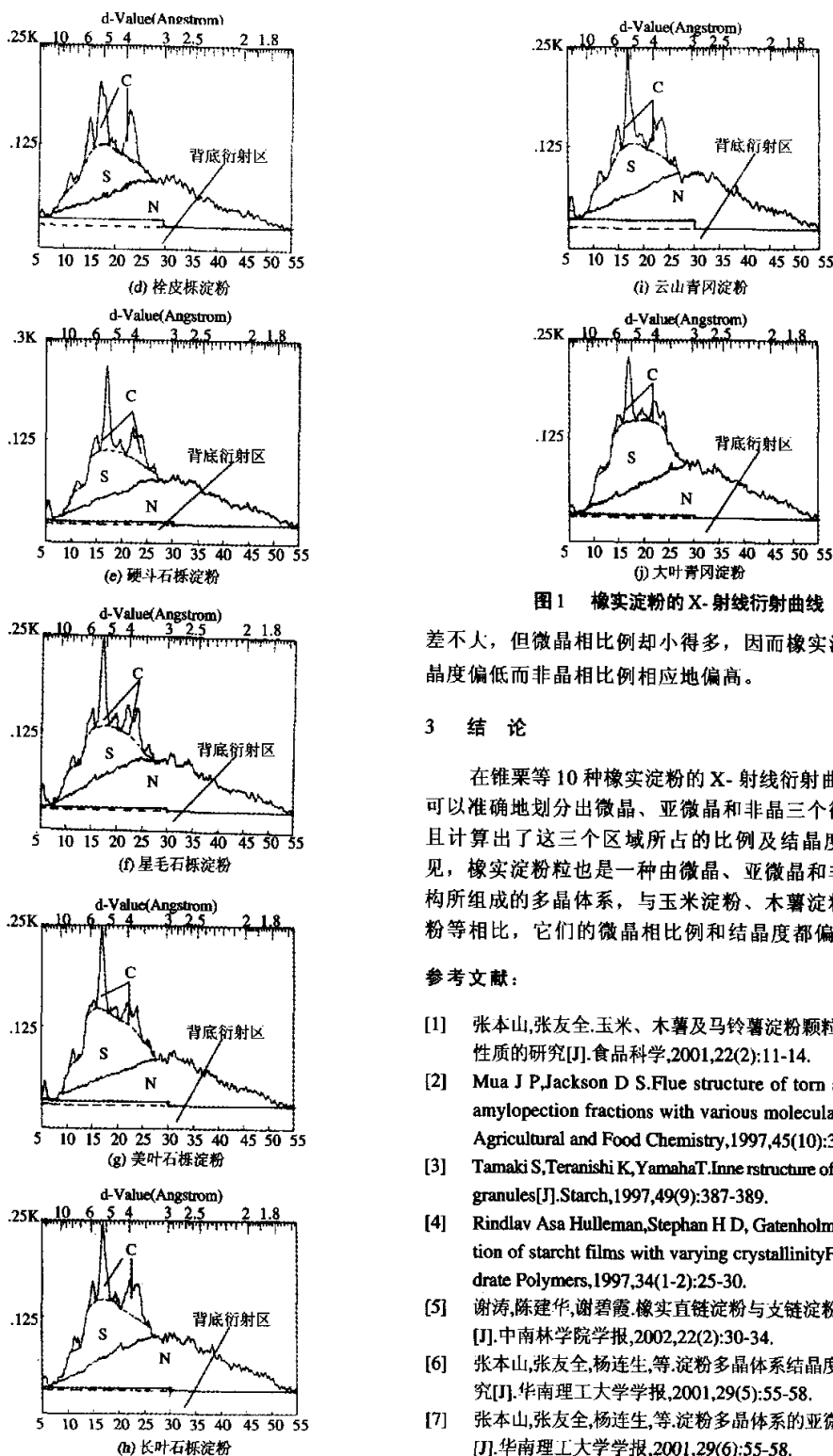


图1 橡实淀粉的X-射线衍射曲线

差不多,但微晶相比比例却小得多,因而橡实淀粉粒的结晶度偏低而非晶相比比例相应地偏高。

### 3 结论

在锥栗等10种橡实淀粉的X-射线衍射曲线图谱上,可以准确地划分出微晶、亚微晶和非晶三个衍射区,并且计算出了这三个区域所占的比例及结晶度。由此可见,橡实淀粉粒也是一种由微晶、亚微晶和非晶三种结构所组成的多晶体系,与玉米淀粉、木薯淀粉和糯米淀粉等相比,它们的微晶相比比例和结晶度都偏小。

### 参考文献:

- [1] 张本山,张友全.玉米、木薯及马铃薯淀粉颗粒微晶结构及性质的研究[J].食品科学,2001,22(2):11-14.
- [2] Mua J P,Jackson D S.Flue structure of torn amylose and amylopectin fractions with various molecular weights[J].Agricultural and Food Chemistry,1997,45(10):3840-3847.
- [3] Tamaki S,Teranishi K,Yamaha T.Inne rstructure of potato starch granules[J].Starch,1997,49(9):387-389.
- [4] Rindlav Asa Hulleman,Stephan H D, Gatenholm Paul.Formation of starch films with varying crystallinity[J].Carbohydrate Polymers,1997,34(1-2):25-30.
- [5] 谢涛,陈建华,谢碧霞.橡实直链淀粉与支链淀粉的分离纯化[J].中南林学院学报,2002,22(2):30-34.
- [6] 张本山,张友全,杨连生,等.淀粉多晶体系结晶度测定方法研究[J].华南理工大学学报,2001,29(5):55-58.
- [7] 张本山,张友全,杨连生,等.淀粉多晶体系的亚微晶结构研究[J].华南理工大学学报,2001,29(6):55-58.