

醋酸酯化芋艿改性淀粉的 制备及其性质研究

王晓丹, 陆国权, 常银子*

(浙江农林大学农业与食品科学学院, 浙江临安 311300)

摘要: 本文以芋艿淀粉为原料, 选取醋酸为酯化剂制备醋酸酯化改性淀粉, 考察反应温度、反应 pH、醋酸酐用量及反应时间对醋酸酯化改性淀粉中乙酰基质量百分比的影响, 通过正交实验设计确定醋酸酯化芋艿改性淀粉的最优工艺, 并对原淀粉和醋酸酯化淀粉进行性质比较分析。结果表明: 反应温度、pH、反应时间对乙酰基质量分数有极显著的影响 ($p < 0.01$), 醋酸酐用量 (0.16~0.37 mL) 对乙酰基质量分数的影响较显著 ($p < 0.01$), 醋酸酐用量 (0.37~0.51 mL) 对乙酰基的影响不显著 ($p > 0.05$); 通过正交实验确定最佳制备条件为反应温度 25℃、pH8.0、醋酸酐用量 0.44 mL、反应时间 1.5 h, 在此条件下制备得到的芋艿改性淀粉乙酰基质量分数为 3.56%。理化性质的检验结果表明改性淀粉较原淀粉透明度提高 41.28%、溶解度增大 12.36%, 膨胀率提高 2.94%。改性淀粉的 X-射线衍射图和芋艿淀粉的特征谱线一致, 晶型为 A 型; 芋艿淀粉颗粒较完整, 没有裂缝, 表面较光滑, 形貌呈多面体, 大颗粒淀粉周围附着许多小颗粒。芋艿改性淀粉颗粒完整, 较光滑、多孔, 呈多面体。

关键词: 芋艿淀粉, 醋酸酐, 酯化, 改性淀粉

Study on the preparation and physicochemical characteristics of taro starch acetate

WANG Xiao-dan, LU Guo-quan, CHANG Yin-zi*

(College of Food and Agriculture, Zhejiang Forestry University, Lin'an 311300, China)

Abstract: Taro starch was esterified with acetate, using acetic anhydride as the reagent. The influences of reaction temperature, pH, the amount of acetic anhydride and reaction time on the acetyl content of the product were studied and the preparation conditions were optimized. SEM and XRD were applied to determine the properties of taro starch acetate, and comparisons were made with taro starch. Reaction temperature, pH, and reaction time had the most significant effect on the acetyl content ($p < 0.01$), the amount of acetic anhydride (0.16~0.37 mL) had significant effect on the acetyl content ($p < 0.05$), and the amount of acetic anhydride (0.37~0.51 mL) had no significant effect on the acetyl content ($p > 0.05$). In an orthogonal experiment, the optimum technological conditions were determined: reaction temperature 25℃, pH8.0, the amount of acetic anhydride 10% and reaction time 2h. Under the condition, the acetyl content of the resulting product was 3.56%. Physical and chemical properties test showed that the transparency increased by 41.28%, the solubility increased by 12.36% and the expansion increased by 2.94%. XRD spectra indicated that the diffraction diagram of taro starch was concordant with taro starch, and type crystal starch was formed A type. SEM showed taro starch granules were intact, no cracks, the surface was smooth, the morphology of polyhedral, there were many small particles around large granular starch. Taro starch acetate granules were alike with taro starch but porous.

Key words: taro starch; acetic anhydride; esterification; modified starch

中图分类号: TS255.1

文献标识码: B

文章编号: 1002-0306(2015)03-0128-06

doi:10.13386/j.issn1002-0306.2015.03.018

芋艿 (*Colocasia esculental Schott*) 俗称“芋头”, 属于天南星科 (Araceae), 多年生单子叶草本植物^[1]。

芋艿原产于中国、印度、马来西亚等热带沼泽地区, 目前主要产区有非洲、亚洲的中国、日本、印度、菲律宾等地, 在中国尤以南方栽种较多^[2]。芋艿中淀粉含量非常高, 一般芋艿中淀粉质量分数约为 53.71%~83.35% (干基), 一般芋头淀粉中直链淀粉的质量分数为 14.0%~40.4%^[3]。

淀粉是一类天然高分子聚合物, 被广泛应用于食品、造纸、纺织等工业。但是随着科学技术的迅速

收稿日期: 2014-05-04

作者简介: 王晓丹 (1993-), 女, 本科, 研究方向: 保健食品的开发与评价。

* 通讯作者: 常银子 (1977-), 女, 硕士, 讲师, 研究方向: 保健食品的开发与评价。

发展,原淀粉在化工生产中已显露出各种缺陷,如现代食品加工技术中的机械搅拌、高温杀菌等均要求淀粉具有耐热性和耐剪切性^[4];冷冻食品要求糊化后的淀粉不易结块、凝沉,并具有很强的亲水性^[5-6]等,这些是一般原淀粉不具有的。为了淀粉资源的充分利用,在天然淀粉的基础上,采用物理、化学或酶处理,制得性质变化、加强或具有新的性质的淀粉衍生物^[7],使其更加适合某些应用^[8]。化学改性淀粉种类最多,生产中运用最广。而应用醋酸酯法制备的改性淀粉稳定性好、透明度好、不易凝沉^[9]。目前对于改性淀粉的研究主要集中在马铃薯,玉米,甘薯,山药,葛根,对于芋艿改性淀粉的研究远不及其他薯类。因此本实验采用芋艿淀粉为原料,醋酸酐为醋化剂,以反应取代度为指标,制备交联酯化淀粉,对醋酸酯化改性淀粉的工艺条件进行优化,通过扫描电子显微镜(SEM)、X-射线衍射仪(XRD)对酯化改性淀粉和原淀粉的结构和理化性质进行分析。

1 材料与方 法

1.1 材料与仪器

醋酸酐、氢氧化钠、盐酸、乙醇 均为分析纯,华东试剂有限公司。

芋艿淀粉按照下面工艺自制:芋艿→洗净去皮→切块→浸泡→打浆→过滤→二次过滤→静置→下层淀粉乳离心→烘干→研磨→芋艿淀粉成品

JJ-2(2003-61)组织捣碎匀浆机、AL 104 型电子天平 梅特勒-托科多仪器有限公司;HH-4 型数显恒温水浴锅 国华电器有限公司;DGG-9053AD 型电热恒温鼓风干燥箱 上海森信实验仪器有限公司;LXJ-11B 低速大容量多管离心机 上海安亭科学仪器厂;VIS-7220 型分光光度计 北京普析通用仪器有限责任公司;JJ300 型精密电子天平 美国双杰兄弟有限公司常熟双杰测试仪器厂;pHB-4 数显酸度计 上海天呈科技有限公司;扫描电子显微镜,SS-550,日本岛津;X-射线衍射仪,XRD-6000 型以及实验室常规仪器。

1.2 实验方法

1.2.1 醋酸酯芋艿改性淀粉制备工艺 按照参考文献^[10]进行制备:称取 4g 芋艿淀粉,倒入 6mL 水中,搅拌调配成 40% 的淀粉乳液,置于 50mL 的烧杯中,置于 20~45℃ 温度的水浴锅中,边搅拌边加入 3% 的 NaOH 溶液控制淀粉乳液的 pH 在 7.5~10.0。同时匀速滴加 0.16~0.51mL 醋酸酐,滴加醋酸酐的同时用 3% NaOH 溶液始终控制 pH 在相应恒定范围内。反应 1.0~3.5h 后加入 0.5mol/L HCl 将反应混合物中和至 pH6.0~7.0,停止搅拌。过滤,用蒸馏水洗 3 次,放入 45℃ 干燥箱干燥。磨碎后过 100 目,装袋。

在单因素的基础上,选择对醋酸酯乙酰基质量分数有影响的各因素进行正交实验。采用 $L_{18}(3^7)$ 正交表,做反应温度、反应 pH、反应时间和醋酸酐用量的四因素三水平的正交实验,对结果进行分析,正交实验表见表 1。

1.2.2 乙酰基质量分数的测定 称取 0.5g 制备好的醋酸酯化改性淀粉和原淀粉分别放于 250mL 的烧杯

中,加入 50mL 蒸馏水并把其放在磁力搅拌器上,依次加入 2 滴酚酞指示剂,用 0.1mol/L 的 NaOH 标准溶液滴到溶液出现稳定的粉红色,用移液管移取 25.0 mL 0.5mol/L 的 NaOH 溶液,磁力搅拌 30min 后,用 0.5mol/L 的 HCl 溶液滴定至粉红色消失,实验平行三次^[11]。按下式分别计算乙酰基质量分数:

$$\omega(\%) = \frac{(V_1 - V_2) \times 10^{-3} \times N \times 43 \times 100}{W} \times 100 \quad \text{式(1)}$$

式中: ω -乙酰基质量分数(%); V_1 -空白实验消耗的盐酸(mL); V_2 -样品溶液消耗的盐酸(mL); N -盐酸浓度(mol/L); W -样品质量(g);43- CH_3CO^- 的分子量。

表 1 醋酸酯法芋艿改性淀粉制备因素及水平表

Table 1 The factor and level of orthogonal design

因素	水平		
	1	2	3
A 反应温度(℃)	20	25	30
B 反应 pH	7.5	8.0	8.5
C 醋酸酐用量(mL)	0.30	0.37	0.44
D 反应时间(h)	0.5	1.5	2.5
空列 E	1	2	3
空列 F	1	2	3
空列 G	1	2	3

1.2.3 理化指标测定

1.2.3.1 透明度的测定 准确称取干燥恒重的改性淀粉和原芋艿淀粉各 0.5g,分别加入 35mL 蒸馏水,配制成淀粉乳,沸水浴中加热 30min 并不断搅拌,然后冷却至室温。将样液全部转移至 50mL 容量瓶并定容至刻度。以蒸馏水为空白,在 620nm 处平行测定三次样品的透光率%^[12]。

1.2.3.2 膨胀率和溶解度 称取 0.5g 改性淀粉(干基)和 0.5g 原芋艿淀粉,分别加入 35mL 蒸馏水中,在 95℃ 水浴中加热搅拌 30min,在 3000r/min 离心 15min,糊下沉部分为膨胀淀粉,将上清液分离干燥,即得水溶淀粉的量,按公式 2 和公式 3 计算出溶解度和膨胀率。

$$\text{溶解度}(\%) = \frac{\text{水溶淀粉干重}}{\text{淀粉样品干重}} \times 100 \quad \text{式(2)}$$

$$\text{膨胀率}(\%) = \frac{\text{膨胀淀粉干重}}{[\text{淀粉样品干重} \times (100 - \text{溶解度})]} \times 100 \quad \text{式(3)}$$

1.2.3.3 扫描电镜实验 将干燥后的原淀粉和最优条件下制备的改性淀粉样品,分别用导电胶粘在样品座上,并置于离子溅射仪中,在样品表面蒸镀一层 10~20nm 厚的铂金膜,轻微晃动,使其分布均匀,用吸耳球吹去多余的试样,在不同放大倍数下用高分辨分析投射电子显微镜 JEM2010 进行电镜观察并拍摄照片。

1.2.3.4 X-射线衍射测定 样品准备:称取样品 2g,用无水乙醇洗涤后在 50℃ 干燥 5h,研磨后用自动 X-射线衍射仪分析。测定条件:粉末法,特征射线 Cu_α ,电压 40kV,电流 30mA,扫描范围 5°~70°,扫描

速度 2° , 放射狭缝 1° , 放极射狭缝 1° , 接受狭缝 $0.3\text{min}^{[13]}$ 。

1.2.4 数据分析 实验数据采用 SPSS17.0 软件进行显著性分析 ($p < 0.05$)。

2 结果与讨论

2.1 反应条件对醋酸酯化反应的影响

2.1.1 反应温度对改性淀粉乙酰基质量分数的影响 控制反应 pH 8.0、醋酸酐用量 0.37mL 、反应时间 2.5h , 研究反应温度分别在 20 、 25 、 30 、 35 、 40 、 45°C 对乙酰基质量百分比的影响。结果见图 1。

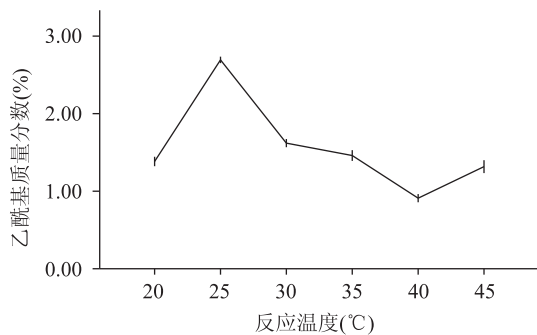


图1 反应温度对改性淀粉乙酰基质量的影响

Fig.1 Effect of the reaction temperature on the acetyl content

从图 1 可以看出, 当反应温度从 20°C 上升至 25°C , 乙酰基质量分数呈上升趋势 ($p < 0.01$)。反应温度超过 25°C 乙酰基质量分数下降 ($p < 0.01$), 反应温度超过 40°C 后, 乙酰基质量分数又上升 ($p > 0.05$)。这是由于在淀粉的酯化过程中, 淀粉醋酸酯生成的同时还伴随着淀粉醋酸酯和醋酸酐的水解反应发生。随着温度的升高, 淀粉酯化反应速率与淀粉醋酸酯及酸酐的水解反应速率都会加快, 但高温更利于淀粉醋酸酯及醋酸酐的水解反应的进行^[14], 从而使乙酰基质量分数有所降低。此外, 高温不利于淀粉分子对氢氧化钠的吸附及其活性中心 Starch-O-Na^+ 的形成。因此, 反应温度从 20°C 上升至 25°C 时淀粉的酯化反应速率大于淀粉醋酸酯及酸酐的水解反应速率, 乙酰基含量呈上升趋势, 超过 35°C 则有利于淀粉醋酸酯和醋酸酐的水解反应, 从而使乙酰基含量下降。故后续实验中, 反应温度选择 25°C 。

2.1.2 反应 pH 对改性淀粉乙酰基质量分数的影响 采用反应温度 25°C 、醋酸酐用量 0.37mL 、反应时间 2.5h , 考察 pH 为 7.5 、 8.0 、 8.5 、 9.0 、 9.5 、 10.0 对乙酰基质量分数的影响。从图 2 看出, pH 在 $7.5\sim 8.0$, 乙酰基质量分数上升 ($p < 0.01$); pH 在 $8.0\sim 10.0$, 随着 pH 的增大, 乙酰基质量分数比下降 ($p < 0.01$), 在 $\text{pH} > 9.5$ 时下降速度最大。这可能是因为淀粉酯化过程在碱性条件下才能进行, 改性淀粉对 pH 的变化及其敏感^[15]。pH 过高容易使改性淀粉发生碱水解; 相反 pH 过低, 改性淀粉会发生酸水解。因此制备醋酸酯改性淀粉的 pH 选择在 8.0 。

2.1.3 醋酸酐用量对改性淀粉乙酰基质量分数的影响 利用得到的反应温度和反应 pH, 并控制其他反应条件不变, 研究醋酸酐用量在 0.16 、 0.23 、 0.30 、 0.37 、 0.44 、 0.51mL 对酯化反应的影响, 结果如图 3

所示。

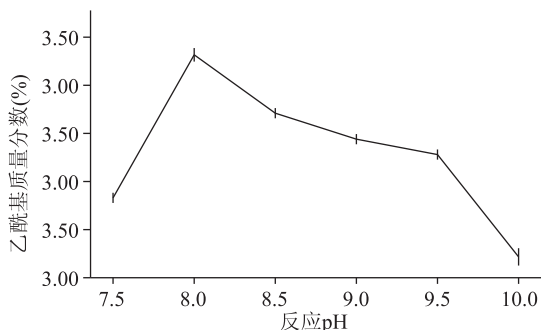


图2 反应 pH 对乙酰基含量的影响

Fig.2 Effect of the pH on the acetyl content

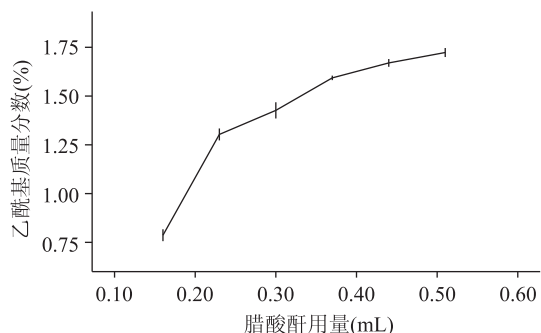


图3 醋酸酐用量对乙酰基含量的影响

Fig.3 Effect of the acetic anhydride on the acetyl content

图 3 显示, 随着酸酐用量的增加, 乙酰基质量分数呈上升趋势 ($p < 0.05$), 最后趋于平缓 ($p > 0.05$)。这是因为随着醋酸酐用量的增加, 醋酸酐与活性中心 Starch-O-Na^+ 之间的碰撞概率增加, 反应的有效碰撞也随之增加, 从而引起酯化反应取代基含量的增加。但是随着醋酸酐用量的增加, 当醋酸酐用量到 0.37mL 时, 醋酸酐的水解几率也增大, 导致乙酰基质量分数增加缓慢^[16]。因此, 确定最适醋酸酐用量为 0.37mL 。

2.1.4 反应时间对改性淀粉乙酰基质量分数的影响 利用得到的醋酸酐用量、反应 pH 与反应温度, 研究反应时间分别在 1.0 、 1.5 、 2.0 、 2.5 、 3.0 、 3.5h 对乙酰基质量分数的影响, 结果见图 4。由图 4 看出, 随着反应时间的延长, 乙酰基质量分数先上升后下降 ($p < 0.01$)。这是因为淀粉颗粒的溶解膨胀和酯化反应均需要一定的时间, 因此改性淀粉乙酰基质量分数随反应时间的延长而增加。但是当反应达到平衡后, 淀粉醋酸酯发生水解的速度大于淀粉醋酸酯生成速度, 因此乙酰基质量分数会降低^[17]。所以酯化反应的时间控制在 1.5h 较适宜。

2.2 正交实验

根据单因素实验, 通过正交实验对反应温度、反应 pH、醋酸酐用量和反应时间做七因素三水平正交实验, 正交实验结果见表 2。

从表 2 的正交实验结果看, 影响主次因素 $C > B > D > A$, 即醋酸酐用量对改性淀粉乙酰基质量分数的影响最大, 其后依次是 pH、反应时间, 影响最小的因素是反应温度。通过比较 K 值, 可确定各因素最

表2 正交实验极差分析表

Table 2 The results of extreme difference analysis

实验号	A	B	C	D	空列	空列	空列	乙酰基质量分数(%)
1	1	1	1	1	1	1	1	0.38
2	1	2	2	2	2	2	2	1.83
3	1	3	3	3	3	3	3	1.78
4	2	1	1	2	2	3	3	0.97
5	2	2	2	3	3	1	1	1.48
6	2	3	3	1	1	2	2	1.74
7	3	1	2	1	3	2	3	0.11
8	3	2	3	2	1	3	1	2.04
9	3	3	1	3	2	1	2	0.21
10	1	1	3	3	2	2	1	1.58
11	1	2	1	1	3	3	2	0.65
12	1	3	2	2	1	1	3	0.54
13	2	1	2	3	1	3	2	0.52
14	2	2	3	1	2	1	3	1.94
15	2	3	1	2	3	2	1	0.71
16	3	1	3	2	3	1	2	1.81
17	3	2	1	3	1	2	3	0.92
18	3	3	2	1	2	3	1	0.55
K ₁	1.128	0.896	0.641	0.894	1.024	1.062	1.126	
K ₂	1.226	1.476	0.837	1.316	1.181	1.149	1.127	
K ₃	0.942	0.923	1.818	1.085	1.090	1.084	1.043	
R	0.284	0.580	1.177	0.422	0.157	0.252	0.084	
主次因素	C > B > D > A							
优化组合	A ₂ B ₂ C ₃ D ₂							

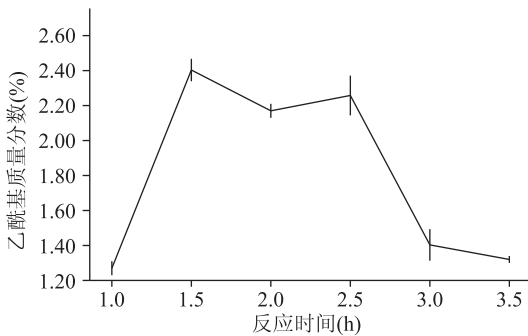


图4 反应时间对乙酰基含量的影响

Fig.4 Effect of the reaction time on the acetyl content

优水平组合为 A₂B₂C₃D₂, 即反应温度 25℃、pH8.0、醋酸酐用量 0.44mL、反应时间 1.5h。由表 3 的正交实验方差分析可知, B 因素(反应 pH)和 C 因素(醋酸酐用量)对改性淀粉乙酰基质量分数的影响达到了极显著水平, 相比之下反应温度和反应时间的影响则较小。

2.3 最佳工艺参数的确定

在最佳工艺条件下重复三次制备得到的平均芋艿改性淀粉乙酰基质量分数 3.56%。

2.4 理化性质

2.4.1 醋酸酯化淀粉和原淀粉透明度、溶解度和膨胀率分析 由表 4 看出, 与原淀粉比较, 改性淀粉的透光率有极显著差异 ($p < 0.01$), 酯化后的淀粉溶解

度和膨胀率均有较显著差异 ($p < 0.05$), 二者分别提高了 12.36%、2.94%。主要原因是通过酯化反应, 引入了乙酰基, 淀粉分子内部因乙酰基基团的排斥力而发生膨胀, 导致膨胀淀粉颗粒尺寸的增大, 使得光透过的空隙加大。同时由于亲水性乙酰基团的存在, 阻碍了淀粉分子之间的缔合作用, 减弱了光的折射和反射强度, 大大提高了淀粉糊的透明度^[14]。另外乙酰基基团空间位阻较大, 使一部分水溶性大分子降解成可溶性小分子, 故极性增强、亲水能力增大, 溶解度、膨胀率较原淀粉高^[15]。

表3 正交实验方差分析表

Table 3 The ANOVA of orthogonal design

变异来源	SS	df	MS	F	F _α
A 反应温度	0.251	2	0.125	1.634	
B 反应 pH	1.290	2	0.645	8.401 **	
C 醋酸酐用量	4.762	2	2.381	31.008 **	F _{0.05(2,9)} = 4.26
D 反应时间	0.540	2	0.270	3.517	F _{0.01(2,9)} = 8.02
误差	0.691	9	0.077		
总变异	7.534	17			

注: ** 表示极显著 ($p < 0.01$)。

2.4.2 淀粉颗粒形态 用高分辨分析透射电子显微镜 JEM2010 拍摄的原淀粉与改性淀粉颗粒的照片, 结果见图 5、图 6。芋艿淀粉颗粒较完整, 没有裂缝, 表面较光滑, 形貌呈多面体, 大颗粒淀粉周围附着许多小颗粒。芋艿改性淀粉颗粒完整, 较光滑、多孔,

呈多面体。

表4 醋酸酯化淀粉和原淀粉透明度、溶解度和膨胀率比较分析

Table 4 The transparence, expansibility and solubility of starch from taro

样品	透光率(%)	溶解度(%)	膨胀率(%)
原淀粉	22.89 ± 1.02	19.42 ± 1.33	16.67 ± 0.99
改性淀粉	32.34 ± 0.96 **	21.95 ± 1.25 *	17.16 ± 0.92 *

注:**表示与原淀粉比较差异极显著($p < 0.01$); *表示与原淀粉比较差异较显著($p < 0.05$)。

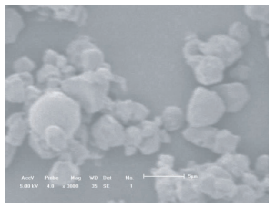
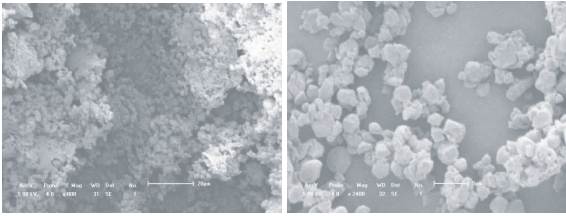


图5 芋艿淀粉电镜图

Fig.5 SEM of taro starch

注:A:放大500倍;B:放大2400倍;C:放大3000倍。

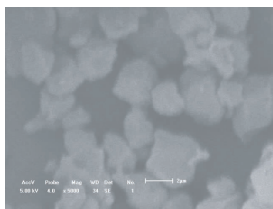
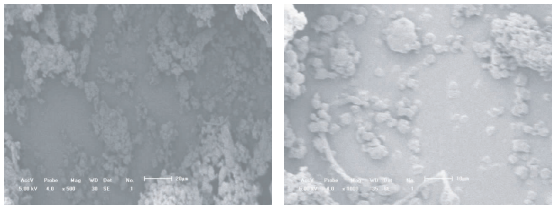


图6 醋酸酯化改性淀粉电镜图

Fig.6 SEM of taro starch acetate

注:A:放大500倍;B:放大1000倍;C:放大5000倍。

2.4.3 芋艿淀粉颗粒的结晶结构 用粉末衍射法测定淀粉样品的结晶结构,得到淀粉颗粒衍射图样,其实验测试结果见图7。

由图7可知芋艿淀粉在 2θ 为 15.26° 、 17.14° 、 18.18° 、 19.92° 、 23.30° 、 25.46° 、 31.34° 和改性淀粉在 2θ 为 15.26° 、 17.58° 、 18.36° 、 19.86° 、 23.43° 、 25.74° 、 30.56° 处分别有强吸收峰,这说明芋艿淀粉和改性淀粉的结晶性均为A型,说明醋酸酯淀粉没有破坏淀粉的结晶区。

3 结论与讨论

由正交实验结果分析可知,醋酸酐用量对酯化

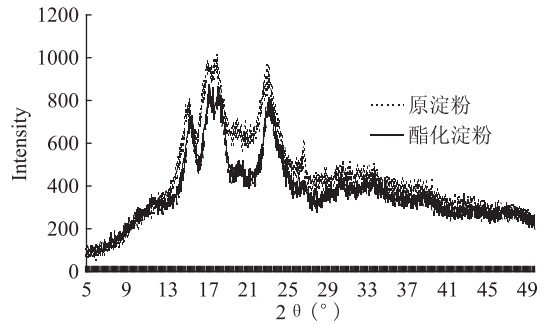


图7 芋艿淀粉与其改性淀粉的X-射线衍射图

Fig.7 X-Ray diffraction patterns for native and modified starches

改性淀粉乙酰基质量分数的影响最大,其次是pH,影响较小的是反应时间和反应温度。

本实验得出的最佳工艺参数组合为是:反应温度 25°C 、pH8.0、醋酸酐用量0.44mL、反应时间1.5h,在此条件下制备得到的芋艿改性淀粉乙酰基质量分数3.56%。

由正交最优组制备得到的改性淀粉经过理化指标测定,透光率提高41.28%;溶解度增大12.36%;膨胀率提高2.94%;改性淀粉的X-射线衍射图和芋艿淀粉的特征谱线一致,晶型为A型;芋艿淀粉颗粒较完整,没有裂缝,表面较光滑,形貌呈多面体,大颗粒淀粉周围附着许多小颗粒。芋艿改性淀粉颗粒完整,较光滑、多孔,呈多面体。

对于改性淀粉作为食品添加剂添加到饮料、糖果、果冻中有重大意义。添加后,可以改善食品的光泽度,使得饮料,果冻等产品澄清、透明,增强食欲。溶解度提高意味着对于添加食品后的溶解、分散性能也有重大意义。因此醋酸酯法制备芋艿改性淀粉对于芋艿的综合利用以及改性淀粉的生产具有一定的理论指导意义。

参考文献

- [1] 高瑞莲. 芋艿营养价值剖析[J]. 食品科学, 2000, 10(2): 19-21.
- [2] 李雅臣, 李德玉, 吴寿金. 芋头化学成分的研究[J]. 中草药, 2005, 26(10): 555.
- [3] 孙忠伟, 张燕萍, 向传万. 芋头淀粉的分离和纯化[J]. 食品与发酵业, 2004, 30(3): 117-121.
- [4] Bemiller J.N, West. Lafayette Starch Modification [J]. Challenges and Prospects Starch/Starke, 1997(49): 127-131.
- [5] Randa I.L Shogren, Atanu Biswas Preparation of water-soluble and water ellable starch acetates using microwave heating [J]. Carbohydr Polym, 2006, 64: 16-21.
- [6] 李光磊. 玉米磷酸单酯的制备及特性研究[J]. 粮油加工与食品机械, 2001(3): 31-33.
- [7] 章毅鹏, 廖建和. 浅析我国变性淀粉的应用现状[J]. 中国粮油学报, 2007, 22(6): 181.
- [8] R.A.de Graef. The Kinetics of The Acetylation of Gelationised Potato Starch [J]. Carbohydrate Polymers, 2005(28): 137-144.
- [9] Mahmoud Z, Sitohy, Said S EI - Saadony. Physicochemical

(下转第136页)

质质量之比,可得出各个单糖质量百分比大致为:甘露糖:岩藻糖:葡萄糖:半乳糖 = 1:1.48:29.36:5.02,根据各物质的质量与其摩尔质量之比得到的即为各物质的物质的量,即得到各单糖的物质的量之比为:甘露糖:岩藻糖:葡萄糖:半乳糖 = 1:1.63:29.36:5.02。可见 CVP-Ⅱ₂ 中甘露糖含量最少,占 2.71%;其次是岩藻糖和半乳糖,葡萄糖含量最高,占总质量的 79.65%。

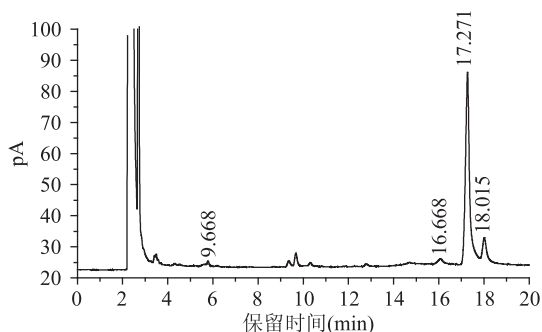


图6 CVP-Ⅱ₂ GC 色谱图

Fig.6 GC diagram of CVP-Ⅱ₂

3 结论与讨论

经采用超声辅助水提,经脱色、脱蛋白、DEAE-52 离子交换柱层析、葡聚糖凝胶 Sephadex G-100 柱层析分离纯化得到梭柄松苞菇多糖 CVP-Ⅱ₂,高效凝胶渗透色谱(GPC)和葡聚糖凝胶 Sephadex G-100 鉴定 CVP-Ⅱ₂ 为均一多糖,其重均相对分子量 M_w 为 11252u;其状态及颜色为白色棉絮状,碘-碘化钾反应呈阴性,证明不含淀粉,苯酚-硫酸法测得其总糖含量为 86.76%,考马斯亮蓝 G-250 法及紫外扫描光谱分析显示 CVP-Ⅱ₂ 不含蛋白,硫酸-咔唑法显示其糖醛酸含量为 12.93%;红外光谱分析显示为 CVP-Ⅱ₂ 含有多糖的特征吸收峰,且为吡喃型糖环构型;单糖组成分析显示 CVP-Ⅱ₂ 由岩藻糖、甘露糖、葡萄糖、半乳糖四种单糖组成,且其摩尔比为:甘露糖:岩藻糖:葡萄糖:半乳糖 = 1:1.63:29.36:5.02。CVP-Ⅱ₂ 主要由葡萄糖组成,质量占 79.65%。

参考文献

[1]戴玉成,周丽伟,杨祝良,等.中国食用菌名录[J].菌物学报,2010,29(1):1-21.

(上接第 132 页)

properties of different types of starch phosphate monoesters[J]. Starch/Starke,2000,52(4):101-105.

[10]王飞,董海洲.食用糯玉米淀粉醋酸酯制备和性质研究[J].粮食与油脂,2008(4):19-21.

[11]刘勋,胡敏,田春美,等.葛根淀粉醋酸酯的制备研究[J].西南大学学报:自然科学版,2010,10(32):35-39.

[12]孙晓莉,郭丽,杜先锋,等.响应面法优化大米多孔磷酸酯淀粉的制备工艺[J].中国粮油学报,2011,12(26):49-54.

[13]石海信,谭铭基,黄妍,等.木薯淀粉与交联酯化木薯淀

[2]高秀君,闫培生,史翠娟,等.梭柄松苞菇 ACE 抑制活性研究[C].2010 年中国菌物学会学术年会论文集摘要集,2010.

[3]Liu YT, Sun J, Luo ZY, et al. Chemical composition of five wild edible mushrooms collected from Southwest China and their antihyperglycemic and antioxidant activity[J]. Food and Chemical Toxicology, 2012, (50):1238-1244.

[4]Liu YT, Sun J, Rao SQ, et al. Antidiabetic activity of mycelia selenium-polysaccharide from *Catathelasma ventricosum* in STZ-induced diabetic mice [J]. Food Chem Toxicol, 2013, 62: 285-291.

[5]Liu YT, Sun J, Rao SQ, et al. Antihyperglycemic, antihyperlipidemic and antioxidant activities of polysaccharides from *Catathelasma ventricosum* in streptozotocin-induced diabetic mice[J]. Food Chem Toxicol, 2013, 57:39-45.

[6]刘蒙蒙,孙丽平,庄永亮.梭柄松苞菇子实体中多糖组分及体外抗氧化活性分析[J].食品工业科技,2013,34(21):72-77.

[7]李张,陈洁,汪森,等.梭柄松苞菇多糖组分的部分理化性质及对 S-180 瘤抑制活性研究[J].微生物学通报,2013,40(12):2271-2279.

[8]周海华.云芝多糖超声辅助提取及抗氧化[D].镇江:江苏大学,2007.

[9]董群,郑丽伊,方积年.改良的苯酚-硫酸法测定多糖和寡糖含量的研究[J].中国药学杂志,1996,31(9):550-553.

[10]刘莹,赵杰.褐蘑菇多糖的理化性质初步研究[J].湖北农业科学,2012,51(5):981-982.

[11]王文平,郭祀远,李琳,等.野木瓜多糖中糖醛酸含量测定[J].食品科技,2007,10:84-86.

[12]王文平,郭祀远,李琳,等.考马斯亮蓝法测定野木瓜多糖中蛋白质的含量[J].食品研究与开发,2008,29(10):115-117.

[13]查春节,唐永富,林丽静,等.一种龙眼多糖分离纯化与结构分析[J].广东化工,2013,40(7):176-177.

[14]周本宏,杨兰,袁怡,等.天麻中一种酸性杂多糖的分离纯化和结构鉴定[J].中国医院药学杂志,2009,29(23):2002-2006.

[15]周跃斌,周向荣,王伟.毛竹叶水溶性多糖 BPS1-1 的色谱研究[J].食品科学,2008,29(8):184-187.

[16]李全阳,夏文水,徐德平.一种乳酸菌胞外多糖糖链结构解析[J].高等学校化学学报,2007,28(4):655-657.

粉理化性质比较[J].中国粮油学报,2012,3(27):33-37.

[14]汪建平,李芬芬,张本山.西米醋酸酯淀粉物化性质研究[J].粮食与油脂,2011,7:14-16.

[15]丁志刚,高红梅,施雯,等.小麦淀粉焦磷酸钠改性工艺研究[J].中国粮油学报,2013,8(28):72-77.

[16]马晓军,梁万礼,朱丽丹,等.变性对大米淀粉热膨化性质的影响[J].中国粮油学报,2012,3(27):29-33.

[17]毛海锋,吴卫国,胡元斌,等.大米淀粉及其磷酸酯的理化性质研究[J].中国粮油学报,2012,1(27):33-38.