

食用级羧甲基淀粉钠的合成研究

王芳宁¹, 韩莉萍¹, 翁洪兴²

(1.咸阳职业技术学院生化工程系, 陕西 咸阳 712046; 2.西安惠安化工厂, 陕西 西安 710300)

摘要: 以陕西关中小麦淀粉为原料, 研究了乙醇溶剂法生产食用级羧甲基淀粉钠过程中, 原料配比、反应温度、反应时间等因素对产品性能的影响。

关键词: 小麦淀粉; 羧甲基淀粉钠; 醚化反应; 粘度

中图分类号: G622.5

文献标志码: A

文章编号: 94047-(2012)02-0055-03

羧甲基淀粉钠(CMS-Na)是一种用羧甲基醚化的变性淀粉, 外观为白色或淡黄色粉末, 无味、无毒、不易霉变、易溶于水。CMS-Na对人体无害, 能被人体的 α -淀粉酶分解, 具有生物可消化性, 易被人体吸收, 同时还可抑制肿瘤肿胀和增加免疫力。因此广泛应用于牛奶、饮料、冷冻食品、快餐食品、糕点、糖浆等产品, 应用于不同的食品中表现出增稠、悬浮、乳化、稳定、保形、成膜、膨化、保鲜、耐酸和保健等多种功能。

陕西关中地区自然条件优越, 是我国优质小麦生产基地, 但目前该地区对小麦的加工仅限于粗产品的生产, 所以开展小麦淀粉的变性研究, 为企业提供一些的实验数据及技术支持, 对促进本地区淀粉深加工和地区经济发展有一定的现实意义。本文所述方法是以关中优质小麦淀粉为原料, 乙醇为溶剂, 以制备食品级产品为目的, 主要探讨影响产品粘度的因素。

1 原理

1.1 淀粉的碱化

小麦淀粉颗粒中存在着结晶区和非结晶区, 而淀粉羧甲基化反应仅局限于淀粉颗粒的非结晶区, 反应效率不高。用氢氧化钠可以破化淀粉颗粒的结晶区, 使其充分溶胀, 淀粉的羟基变成负氧离子, 亲核能力增强, 同时生成淀粉钠活性中

心, 反应方程式如下:



1.2 淀粉的醚化

由淀粉碱化后的淀粉钠与一氯乙酸在碱性条件下发生双分子亲核取代反应, 生成羧甲基淀粉钠。



2 实验

2.1 原料和试剂

小麦淀粉(水分11%), 一氯乙酸, 氢氧化钠, 乙醇(95%), 冰醋酸, 均为化学纯。

2.2 合成工艺

在配有恒温水浴锅、搅拌器、温度计和冷凝器的500 mL三口烧瓶内, 加入50克的小麦淀粉和一定浓度的酒精, 充分搅拌均匀, 加入计量的氢氧化钠进行碱化, 在30℃下反应30min左右, 碱化反应完成, 滴加入一定量溶于酒精的氯乙酸溶液, 调节反应温度, 进行醚化反应。反应完毕后反应产物用冰醋酸中和至PH为7.0~8.0过滤, 抽滤后用90%的乙醇洗涤至滤液中无Cl⁻, 滤饼用真空干燥箱干燥, 干饼粉碎后即得白色成品粉末。

2.3 粘度测定

将样品配制成浓度为2%的水溶液, 溶液温度控制在25±0.5℃, 用旋转粘度计测定其绝对粘度。

收稿日期: 2012-03-14

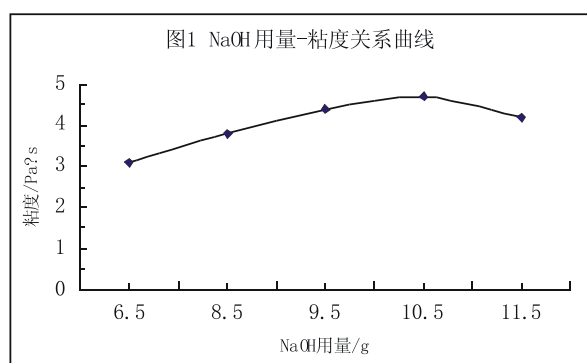
作者简介: 王芳宁(1968—), 女, 本科, 副教授, 研究方向为有机合成。邮箱: wfnwph@163.com

3 结果与分析

在淀粉的羧甲基化过程中, 氢氧化钠用量、一氯乙酸用量、溶剂乙醇的浓度和用量、醚化时间和温度等, 对反应效果和产物的性能都有影响。本试验以粘度作为检测指标, 探讨上述各因素的影响特性。

3.1 氢氧化钠用量

控制乙醇浓度85% 一氯乙酸18g, 反应温度50℃, 反应时间2.0h, 改变NaOH的用量, 得到氢氧化钠用量与产品粘度的关系曲线见图1。

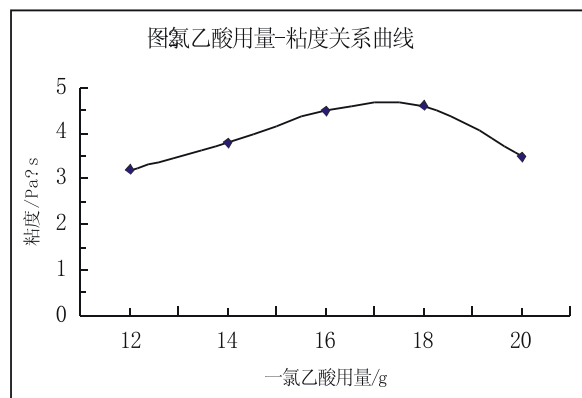


由图1可知, 在其他条件相同的情况下, NaOH的用量较低时, 随着NaOH用量的增加, 产品的粘度增加, 用碱量为10.5g左右达到最大, 随后随着用碱量的增加, 粘度逐渐下降。当NaOH用量由小逐渐增大时, 碱化反应速率增大, 生成的淀粉钠活性中心增多, 醚化反应的机会增多, 因此产物的粘度升高。若NaOH浓度增加到较大值时, 部分一氯乙酸与NaOH直接生成羟基乙酸钠, 不利于淀粉的醚化反应, 且较高浓度的NaOH会导致淀粉链的部分断裂, 粘度降低。

3.2 一氯乙酸用量

控制NaOH用量为10.5 g, 乙醇浓度85%, 反应温度50℃, 反应时间2.0 h, 改变一氯乙酸的用量, 得到一氯乙酸用量与粘度关系曲线如图2。

由图2可知, 一氯乙酸用量为18.0g左右时, 产品粘度最大, 过高或过低都会降低产物的粘度。一氯乙酸用量较低时, 醚化反应速率降低, 因而产品的粘度较低。但一氯乙酸浓度过高时, 与体系中的NaOH直接发生中和反应, 影响淀粉钠盐的形成, 也不利于醚化反应进行。而且过高浓度的一氯乙酸也将使淀粉的水解机会增大。



3.3 乙醇浓度

控制NaOH 10.5 g, 一氯乙酸的用量为18.0 g, 反应温度50℃, 反应时间2.0h, 反应价质中乙醇浓度的变化对粘度的影响如图3所示。

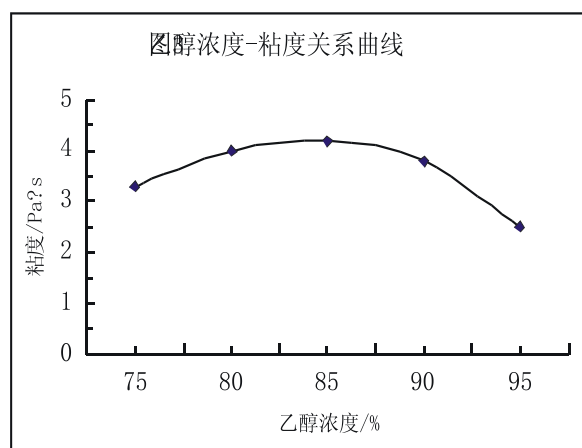
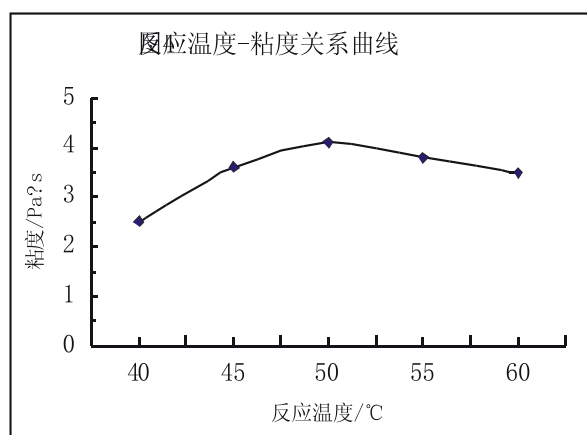


图3显示乙醇的浓度以85%左右为佳。当乙醇浓度较低时, 水分含量高, 反应加热后易发生糊化现象, 且最终难以脱去反应试剂和洗涤。若乙醇浓度太高, 水分较少, 淀粉呈晶状致密结构, 只在淀粉颗粒表面发生羧甲基化反应, 产物粘度不高。因此适当的乙醇浓度也即一定的水分是获得高粘度产品的重要因素。

3.4 反应温度

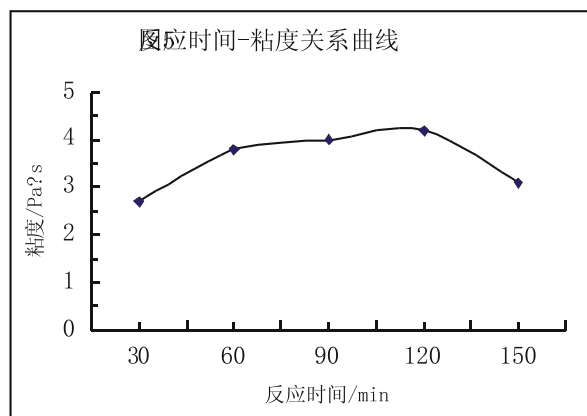
控制NaOH用量为10.5 g, 乙醇浓度85%, 一氯乙酸的用量为18.0 g, 反应时间2.0h, 反应温度对产物粘度的影响结果如图4。

当反应温度提高时, 产物的粘度逐步增大, 温度超过50℃时, 粘度又呈下降趋势。从反应现象也可以看出, 当超过55℃时, 淀粉的糊化现象非常明显, 冷却后结块严重, 不利于产品的醇洗涤。因此确定反应温度以50℃为宜。



3.5 反应时间

控制上述反应条件，反应时间对产物粘度的影响，结果如图5。



增大，继续延长反应时间粘度下降。可能的原因：一是随时间延长，淀粉的糊化及降解机会增多，二是反应时间长，取代度增大，产物粘度反而下降。

4 结论

从实验结果分析可知，影响羧甲基淀粉钠粘度的主要因素有物料配比、乙醇浓度、反应温度、反应时间等。当配料比 $m(\text{淀粉}) : m(\text{氯乙酸}) : m(\text{NaOH}) = 1 : 0.36 : 0.21$ ，乙醇浓度为85%，反应温度为50℃，反应时间2.0h，合成的羧甲基淀粉钠的粘度在4.2Pa·s左右。

参考文献

- [1] 胡湘渝, 刘代俊. 羧甲基玉米淀粉合成工艺的改进[J]. 四川大学学报, 2003(1).
- [2] 金惠平, 钱建中. 食用级高粘度羧甲基淀粉生产工艺的设计与研究[J]. 中国粮油学报, 2005(10).
- [3] 袁怀波. 交联-羧甲基红薯淀粉的制备及性质研究[J]. 食品与发酵工业, 2006(12).
- [4] 钟丁通, 王仁章. 羧甲基木薯淀粉的合成研究[J]. 三明学院学报, 2008(12).

[责任编辑、校对：牛国阳]

Experiment on Synthesis of Na-carboxyl Methyl Starch with Food Grade

WANG Fang-ning¹, HAN Li-ping¹, WONG Hong-xing²

(1. Department of Biochemical engineering, Xianyang Vocational Technical College, Xianyang, Shaanxi 712046;
2. Hui'an Chemical Plant, Xi'an, Shaanxi, 710300)

Abstract: Taking wheat starch in Guanzhong region of Shaanxi Province as raw material, and for the purpose of producing sodium carboxyl methyl starch with food grade, the experiment studies the impact of raw material composition, temperature, reaction period and other elements on the quality of products during the process of ethyl hydrate solvent.

Key words: wheat starch, Na-carboxyl methyl starch, etherification reaction, viscosity