

乙酰化木薯淀粉的制备、表征及流变性能分析

王创新, 丁玲, 张继, 曹余

Preparation, Characterization and Rheological Properties of Acetylated Cassava Starch

WANG Chuangxin, DING Ling, ZHANG Ji, and CAO Yu

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2022110182>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

茶多酚/直链淀粉复合物的制备及表征

Preparation and Characterization of Tea Polyphenols/Amylose Complexes

食品工业科技. 2019, 40(2): 113-118 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2019.02.020>

壳聚糖硬脂酸盐制备新方法及其结构性能研究

The new preparation method of chitosan stearate and its structure properties

食品工业科技. 2017(08): 276-279 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2017.08.045>

高取代度酸解乙酰化淀粉及其纳米颗粒的制备

Preparation of Acetylated Acid-hydrolysis Modified Starch with High Degree of Substitution and Its Nanoparticles

食品工业科技. 2021, 42(24): 197-204 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2021040316>

胶原基材料及其流变性能研究进展

Progress of Collagen-based Materials and Its Rheological Properties

食品工业科技. 2020, 41(1): 335-340,348 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2020.01.055>

木薯变性淀粉对猪肉肌原纤维蛋白凝胶质构、流变及热力学特性的影响

Effect of Cassava Modified Starch on the Gel Textural, Rheological and Thermodynamic Properties of Pork Myofibrillar Protein

食品工业科技. 2019, 40(8): 49-53,60 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2019.08.009>

高压均质法制备甘薯纳米淀粉及其表征

Preparation and characterization of sweet potato starch nanoparticles by high pressure homogenization

食品工业科技. 2017(12): 233-238 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2017.12.042>



关注微信公众号, 获得更多资讯信息

王创新, 丁玲, 张继, 等. 乙酰化木薯淀粉的制备、表征及流变性能分析 [J]. 食品工业科技, 2023, 44(16): 116–121. doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2022110182

WANG Chuangxin, DING Ling, ZHANG Ji, et al. Preparation, Characterization and Rheological Properties of Acetylated Cassava Starch[J]. Science and Technology of Food Industry, 2023, 44(16): 116–121. (in Chinese with English abstract). doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2022110182

· 研究与探讨 ·

乙酰化木薯淀粉的制备、表征及流变性能分析

王创新^{1,2}, 丁玲^{1,2}, 张继^{1,2,3,*}, 曹余⁴

(1.西北师范大学生命科学学院, 甘肃兰州 730070;

2.甘肃省特色植物有效成分制品工程技术研究中心, 甘肃兰州 730070;

3.西北师范大学新农村发展研究院, 甘肃兰州 730070;

4.甘肃丰收农业科技有限公司, 甘肃天水 741020)

摘要:为进一步探究乙酰化木薯淀粉的结构表征和流变性能,以便在食品加工中深入开发利用乙酰化木薯淀粉提供理论依据。本文通过红外光谱、X-射线衍射和热重分析对制备的乙酰化木薯淀粉和木薯淀粉进行了结构表征,同时测定了乙酰化木薯淀粉的流动性、触变性和动态粘弹性。结果表明,乙酰化木薯淀粉在 1730 cm^{-1} 处出现了乙酰基团特征吸收峰;乙酰化反应并未改变木薯淀粉的晶型,但降低了其热稳定性。流变学结果表明乙酰化木薯淀粉是一种假塑性流体,呈现有剪切变稀行为,其流动曲线符合 Cross 模型;触变环面积随着溶液浓度的增大而急剧增大,并表现出良好的弹性固体行为,模量与复合粘度结果也验证了这一结论。本研究结果表明乙酰化木薯淀粉具有良好的流变性能,能有效提高增稠性,可广泛应用于食品加工工业中。

关键词:乙酰化木薯淀粉, 制备, 结构表征, 流变性能

中图分类号: TS231

文献标识码: A

文章编号: 1002-0306(2023)16-0116-06

DOI: 10.13386/j.issn1002-0306.2022110182



本文网刊:

Preparation, Characterization and Rheological Properties of Acetylated Cassava Starch

WANG Chuangxin^{1,2}, DING Ling^{1,2}, ZHANG Ji^{1,2,3,*}, CAO Yu⁴

(1.College of Life Science, Northwest Normal University, Lanzhou 730070, China;

2.Bioactive Products Engineering Research Center for Gansu Distinctive Plants, Lanzhou 730070, China;

3.Institute of New Rural Development, Northwest Normal University, Lanzhou 730070, China;

4.Gansu Harvest Agricultural Technology Co., Ltd., Tianshui 741020, China)

Abstract: The study objectives were to investigate the structural characterization and rheological properties of acetylated cassava starch to provide a comprehensive theoretical basis for its development and utilization in food processing. Structural characterization of both acetylated and non-acetylated cassava starch was performed by infrared spectroscopy, X-ray diffraction, and thermogravimetry, and the fluidity, thixotropy, and dynamic viscoelasticity of acetylated cassava starch were also determined. It was found that the acetylated starch showed a characteristic acetyl-group absorption peak at 1730 cm^{-1} and that while acetylation did not alter the crystalline shape of the starch, it reduced its thermal stability. The rheological results showed that the acetylated starch was a pseudoplastic fluid with shear-thinning behavior, and its flow curve conformed with the Cross model. The thixotropic ring area increased sharply as the solution concentration increased and showed good elastic-solid properties, and the modulus and complex viscosity results verified this conclusion. This study

收稿日期: 2022-11-17

基金项目: 国家自然科学基金项目(51873175)。

作者简介: 王创新(1989-),男,硕士,研究方向:资源生物学,E-mail: tgcxwang@163.com。

* 通信作者: 张继(1963-),女,博士,研究员,研究方向:植物资源的开发与利用,E-mail: zhangji@nwnu.edu.cn。

showed that acetylated cassava starch has good rheological properties which effectively enhance its thickening properties, suggesting its potential for wide use in the food processing industries.

Key words: acetylated cassava starch; preparation; structural characterization; rheological properties

木薯淀粉(Cassava Starch, CS)是木薯经过淀粉提取后脱水干燥而成,因其具有良好的安全性和应用性,在食品加工中被广泛应用。乙酰化木薯淀粉(Acetylated Cassava Starch, ACS)是指用醋酸或醋酸乙烯等在碱性条件下对 CS 进行酯化而得到的一类变性淀粉,是化学变性淀粉的重要品种之一,可有效提高食品的冻融稳定性、粘度、储存稳定性等^[1-3]。

CS 资源丰富,现有研究以 CS 为原料制备 ACS,改善了 CS 颗粒内乙酰化反应和乙酰化基团非均匀分布的状况,进行了取代度、热稳定性和形态结构的对比分析,为其在涂料和食品包装的应用提供了参考^[4-5];不同取代度的 ACS 形态学特性和流变学性能与 CS 相比,ACS 的特性使其能够用于生物活性分子的封装,为其在生产生物活性包装和生产可生物降解包装的应用提供了理论基础^[6]。此外,水溶液胶体的流变学特性在液体流、泵送、消毒、蒸发、干燥措施等食品加工和食品包装方面具有重要的技术指导意义^[7]。

目前关于 ACS 的报道较多集中对 ACS 的取代度、结构表征研究、对食品品质的影响或探究其制备工艺,而对其流变性能研究的不够多也不够深入。因此,本文通过红外光谱、X-射线衍射、热重分析对 CS 和新制备的 ACS 进行了结构表征,并对其流动性、触变性及动态粘弹性等流变性能进行了较全面的测定,为其在食品加工、药品制造等方面更广泛的应用提供一定的理论基础。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

木薯淀粉 甘肃丰收农业科技有限公司;醋酸酐、盐酸 成都市科隆化学有限公司;氢氧化钠 成都金山化学试剂有限公司;乙醇 国药集团化学试剂有限公司;蒸馏水 实验室自制;试剂均为分析纯。

Nicolet is10 红外光谱仪 美国 Thermo 公司; D/Max-2550PC 型 X-射线衍射仪 日本 RIGAKU 公司; TG209F1 型热重分析仪 德国 NETZSCH 公司; MCR301 型流变仪 奥地利安东帕有限公司; JD500-3 型电子天平 沈阳龙腾电子产品有限公司; JRA-6 型数显磁力搅拌水浴锅 金坛市杰瑞尔电器有限公司。

1.2 实验方法

1.2.1 乙酰化木薯淀粉的制备 使用 Wurzburg^[8]的制备方法,制备 DS 为 0.08 的 ACS。将 50 g CS 和 112.5 mL 的蒸馏水用磁力搅拌器进行混合,用 3% 的 NaOH 溶液将 pH 保持在 8.0~8.5。加入 3 g 醋酸酐不断搅拌,反应温度 25 °C,反应时间 2 h,反应中

加入 3% NaOH 溶液,控制乳液 pH 保持在 8.2~8.4 之间。反应结束后,用 0.5 mol·L⁻¹HCl 调整 pH 至 4.5。反应物先用乙醇冲洗 1 次,再用蒸馏水冲洗 3 次,冷冻干燥 48 h 备用,用于 ACS 结构表征的测定。

1.2.2 乙酰化木薯淀粉糊液的配制 用蒸馏水将 ACS 分别配制成 100 mL 的 2.5%、5%、7.5%、10%、12.5% 的乳液,在 25 °C 水浴锅中恒温磁力搅拌 2 h,转速 150 r/min,95 °C 糊化后去泡备用,用于 ACS 流变性能的测定。

1.2.3 红外光谱(FTIR)分析 FTIR 分析采用傅里叶变换红外光谱仪,通过 KBr 压片法,将 CS 和 ACS 分别与 KBr 以 1:100 比例充分混合、研磨、压片后置于红外光谱仪上测试,扫描波数范围为 500~4000 cm⁻¹,分辨率 4 cm⁻¹。

1.2.4 X-射线衍射(XRD)分析 XRD 分析采用 X 射线衍射仪,镍过滤铜 K α 辐射($\theta=1.5406$ A),电压为 45 kV,灯丝电流为 35 mA。XRD 运行在 $5^\circ \leq 2\theta \leq 80^\circ$ 上进行,扫描速度为 5°/min。

1.2.5 热重分析(TGA) 使用同步热分析仪测量样品的热稳定性,将样品放入仪器中,在氮气气氛下测试,温度范围为 30~700 °C,升温速率为 10 °C/min。

1.2.6 流变性能测定

1.2.6.1 流动性能 使用平板 PP50,板间距 2 mm,在 25 °C 条件下,测试 ACS 糊液的粘度随剪切速率的变化趋势,剪切速率范围:0.01~100 s⁻¹^[9]。不同浓度 ACS 糊液的 Cross 模型拟合参数数据,对应的数据由公式(1)计算得到。

$$\eta = \eta_{\infty} + \frac{(\eta_0 - \eta_{\infty})}{[1 + (\alpha\dot{\gamma})^d]} \quad \text{式(1)}$$

式中, η 为任何特定剪切率下的粘度; η_0 和 η_{∞} 代表零剪切力和无限剪切力时的表观粘度(Pa·s); α 为时间常数, $\dot{\gamma}$ 为剪切速率; d 为速率指数。

1.2.6.2 触变性能 使用平板 PP50,在旋转模式下进行三段参数设定。第一阶段:剪切速率以恒定增速(3.12 s⁻¹)从 0 s⁻¹ 升高到 100 s⁻¹;第二阶段:在剪切速率为 0 s⁻¹ 下保持 50 s;第三阶段:以恒定减速(3.12 s⁻¹)从 100 s⁻¹ 降低到 0 s⁻¹^[10]。不同浓度 ACS 糊液的触变环面积数据,对应的触变环面积可由公式(2)计算得到。

$$\text{触变环面积(Pa} \cdot \text{s}^{-1}) = \int_{\gamma_1}^{\gamma_2} k_1(\dot{\gamma})^{n_1} - \int_{\gamma_1}^{\gamma_2} k_2(\dot{\gamma})^{n_2} \quad \text{式(2)}$$

式中: γ_1 和 γ_2 为剪切速率,s⁻¹; k_1 、 k_2 为正向流动指数,Pa/s; n_1 和 n_2 分别为流动幂指数。

1.2.6.3 动态粘弹性 通过应变扫描确定 ACS 的线

性粘弹性范围,即在 25 °C 条件下给样品以恒定的频率(1 Hz)施加一个范围(0.05%~100%)的正弦形变(应变),依据储能模量的变化来确定其线性粘弹性范围。振荡频率扫描:在 ACS 的线性粘弹性范围内,施加不同频率的正弦形变(ω : 100~0.1 rad/s, strain 1%),从而得到不同温度和不同浓度条件下 ACS 溶液的储能模量(G')和损耗模量(G'')随频率变化的关系^[11]。

1.2.6.4 模量与复合粘度 采用振荡模式进行参数设定,温度范围为 4~80 °C, 2 °C/min,角频率为 1 Hz,应变为 1%^[12]。

1.3 数据处理

实验数据通过流变仪自带软件获取,本实验所有测试均重复 3 次取平均值,以保证数据的可靠性,用 Origin 2018 软件对所有数据进行处理并作图。

2 结果与分析

2.1 CS 和 ACS 的结构表征

2.1.1 CS 和 ACS 的 FTIR 分析 CS 和 ACS 红外光谱如图 1 所示。通过对比可以看出,在 3385 cm^{-1} 左右处出现的是淀粉中游离的-OH 的伸缩振动吸收峰,2932 cm^{-1} 处出现淀粉- CH_2 伸缩振动吸收峰,在 1371、1423 cm^{-1} 处出现淀粉-OH 的弯曲振动吸收峰;相较于 CS,ACS 在 1730 cm^{-1} 处出现了新的吸收特征峰,为明显的酯键的特征吸收峰,由此说明醋酸酐与 CS 发生了反应,成功合成了 ACS,这与文献 [13-15] 研究结果基本一致。

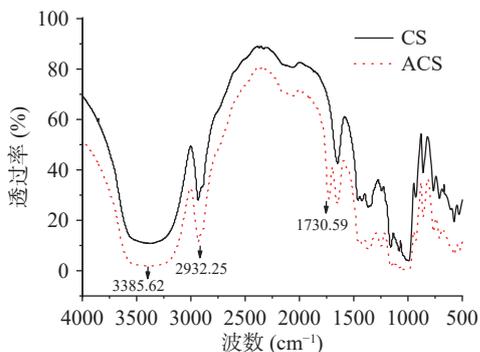


图 1 CS 和 ACS 红外光谱图
Fig.1 Infrared spectra of CS and ACS

2.1.2 CS 和 ACS 的 X-射线衍射(XRD)分析 CS 和 ACS 的 X-射线衍射曲线如图 2 所示。CS 的 XRD 曲线由尖峰衍射特征和弥散特征两部分组成,分别对应淀粉的结晶区与无定型区,属于典型的多晶体系的衍射曲线。从图 2 中可看出,CS 和 ACS 均在 15.0°、17.0°、18.0°、23.0°附近有明显的衍射峰,表明两者均为典型的 A 型结晶结构,说明乙酰化并没有改变 CS 的晶体结构类型,其晶型仍保持 A 型。根据 Lemos 等^[16]、林丽菁等^[17] 的研究,这可能是由于取代主要发生在非结晶区,对结晶区虽然也有一定破坏,但不足以使其晶型发生改变。

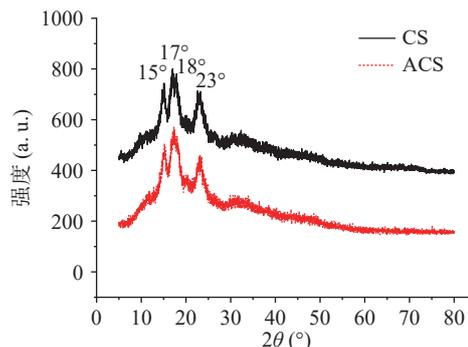


图 2 CS 和 ACS X 射线衍射曲线
Fig.2 X-ray diffraction curves of CS and ACS

2.2 CS 和 ACS 的热重 (TGA) 分析

CS 和 ACS 的 TGA 曲线如图 3 所示。从图 3 中可以看出,CS 和 ACS 均出现了不同程度的质量损失。ACS 自 50 °C 起持续失重,前期失重速率不高,可能是由于 ACS 中水分蒸发所致,在 275~325 °C 时失重速率急剧升高,在 325 °C 时 ACS 失重 80%,CS 失重 70%,可能是由于淀粉结构中糖苷单元的分解,其中的氢键和化学键断裂所致。当温度超过 600 °C 时,TG 曲线趋于平缓,ACS 失重 90%,CS 失重 80%,表明高温条件下样品大量分解,可能是由于淀粉中糖苷键的断裂和碳水化合物链的脱水所致。TGA 曲线中 CS 相对 ACS 质量损失较低,表明其晶体结构更为稳定,说明 CS 经乙酰化处理后,其热稳定性降低,文献 [18-19] 也得到了类似的结果。

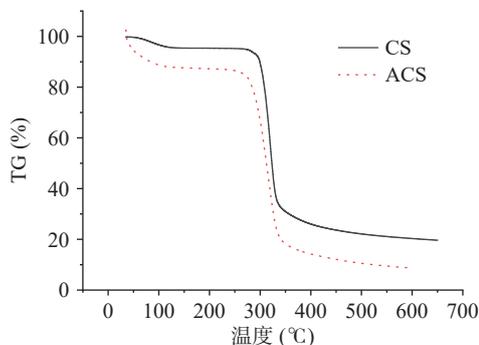


图 3 CS 和 ACS 的 TGA 曲线
Fig.3 TGA curves of CS and ACS

2.3 ACS 的流变性分析

2.3.1 ACS 的流动性 不同浓度 ACS 糊液的剪切速率与粘度关系曲线如图 4 所示。在低剪切速率可以明显观察到剪切变稀行为,并且随着剪切速率的增大,不同浓度的 ACS 糊液的粘度都呈明显的下降趋势,说明 ACS 糊液是一种典型的假塑性流体。ACS 糊液粘度的下降可能是因为淀粉中的多糖在高剪切速率下易受到更大的剪切力,粘度逐渐变小,这也表明多糖长链的缠结结构在高剪切速率的影响下发生重新排列^[9]。在剪切速率相同的情况下,高浓度 ACS 糊液的粘度越高,随着剪切速度的增大,促进了多糖分子链的解缠结,多糖分子之间的交联网状结构

逐渐被破坏, 因此其粘度下降速率相对更快。

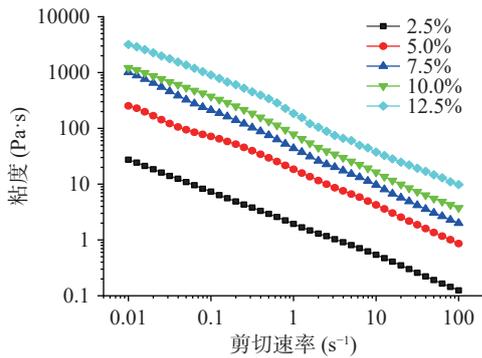


图 4 不同浓度的 ACS 糊液的粘度特性曲线
Fig.4 Viscosity characteristic curves at different ACS concentrations

这种剪切变稀的流动特性可以用 Cross 模型来描述。Cross 模型因为可以较为准确的描述出聚合物在较大范围内的流变行为, 该模型已经被成功地用于描述黄原胶等多种食品溶液的剪切稀化行为^[18]。因此, 本文利用这种模型对 ACS 溶液的流动曲线进行参数拟合。在 0.01~100 s⁻¹ 的剪切率范围内测量了质量浓度为 2.5%、5.0%、7.5%、10.0% 和 12.5% (w/v) 的 ACS 糊液的剪切流动性。流动性的特征可以使用 Cross 模型准确地描述, 表 1 为不同浓度 ACS 糊液的 Cross 模型拟合参数数据, 对应的数据由公式(1)计算得到。

表 1 不同浓度 ACS 糊液 Cross 模型拟合参数
Table 1 Cross model-fitting parameters at different ACS concentrations

ACS糊液(w/v)	Cross模型拟合参数					
	η_0 (Pa·s)	η_∞ (Pa·s)	d	α	R^2	RE
2.5%	344.66	1.4943E-8	0.58476	17.46	0.99959	0.14547
5.0%	533.55	1.1586E-7	0.66758	25.545	0.99354	5.6622
7.5%	1764.6	0.0083066	0.68364	26.25	0.99924	7.1106
10.0%	2218.7	1.0604	0.73938	27.296	0.99835	13.64
12.5%	6399.4	4.1418	0.74825	33.629	0.99896	28.163

表 1 为 Cross 模型被用来拟合 ACS 糊液在不同浓度和下的相关剪切流动行为数据。其结果显示, 该模型的回归系数(R^2)和相对偏差误差(RE)分别较高和较低, 表明 Cross 模型拟合可以用来描述 ACS 糊液的流变性。松弛时间 α 与临界剪切率(γ_{crit})有关, $\alpha=1/\gamma_{crit}$ 。 γ_{crit} 标志着 ACS 糊液的剪切变稀的开始。结果表明, 随着 ACS 浓度的增加, 剪切变稀的开始转移到较低的剪切率上。速率指数(d)反映了 ACS 剪切稀化区的粘度对剪切速率的依赖性。从图 4 和表 1 可以看出, η_0 、 η_∞ 、 α 及 d 随着 ACS 浓度的增加而呈上升趋势。当 ACS 溶液浓度从 2.5%~12.5%(w/v)增加时, η_0 从 344.66 Pa·s 增加到 6399.4 Pa·s, α 从 17.46 增加到 33.629, d 从 0.58476 上升到 0.74825。这些数据表明, 随着 ACS 糊液的浓度增加, 剪切稀化行为开始转向较低的剪切率。在

高浓度的 ACS 中, 单链的移动受到限制, 由于聚合物链缠结程度的相应增加而受到限制。因此, 该系统的结构稳定性得到了加强, 这导致了 ACS 糊液中变形、分子链纠缠的破坏以及剪切变薄的行为所需时间均得到增加^[10]。因此, ACS 糊液的剪切稀化行为有利于食品加工中食品的混合、泵送和装瓶等^[19]。

2.3.2 ACS 的触变性 表 2 为不同浓度 ACS 糊液的触变环面积数据, 对应的触变环面积可由公式(2)计算得到^[20]。

表 2 不同浓度 ACS 糊液的触变环面积
Table 2 Thixotropic ring area at different ACS concentrations

ACS糊液(% w/v)	2.5	5.0	7.5	10.0	12.5
触变环面积(Pa/s)	261.23	1270.91	4179.5	5697.01	7733.8

从表 2 可以看出, ACS 糊液均有一定的触变性。低浓度的 ACS 糊液(2.5%)的触变环面积相对较小, 因此, 可以认为其对时间依赖性较小。而较高浓度的溶液体系(5.0%~12.5%), 其触变环面积随着溶液浓度的增大而急剧增大, 因此触变性也随之增强, 相应地, 对时间的依赖性也就越大, 这种现象可能与淀粉多糖的聚合物分子链之间的缠结及解缠结有关^[9]。

2.3.3 ACS 的动态粘弹性 储能模量(G')和损耗模量(G'')以及复合粘度(η^*)对频率依赖性可被用来描述 ACS 溶液的粘弹性行为。不同浓度的 ACS 糊液的 G' 、 G'' 与频率(ω)的关系见图 5a。在整个测试范

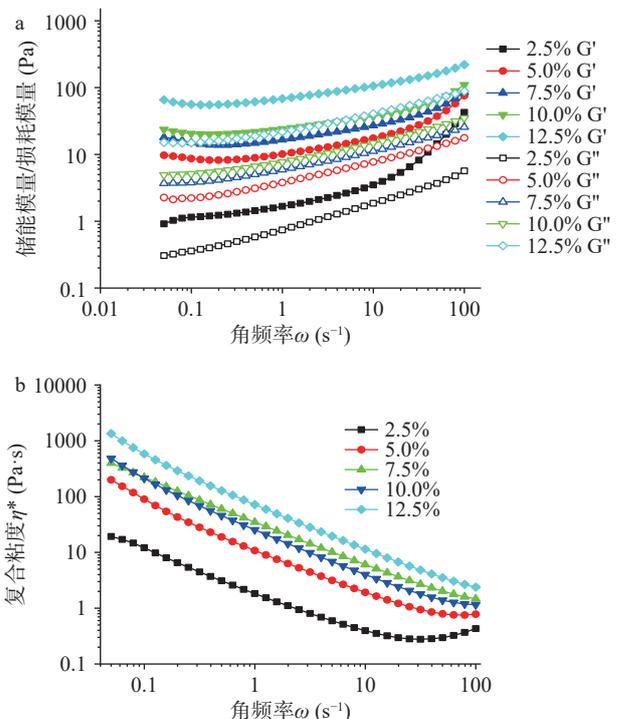


图 5 不同浓度 ACS 糊液的动态粘弹性曲线
Fig.5 Dynamic viscoelasticity curves at different ACS concentrations

注: a: 不同浓度 ACS 糊液的模量与频率关系图; b: 不同浓度 ACS 糊液复合粘度与频率关系图。

围内 ACS 溶液的 $G' > G''$, 聚合物溶液主要以弹性固体的形式存在, 这与 Khurshida 等^[14]、Villanueva 等^[21]报道的一致。此外, 本研究发现不同浓度 ACS 的 G' 和 G'' 都随着 ACS 浓度的增加而增加; 但是, G' 的增加趋势更为明显, 这表明在较高浓度下有更多的 CSA 分子参与非共价连接, 形成了一个更强的 ACS 三维网络^[21-24]。

不同浓度的 ACS 的 η^* 与频率(ω)的关系见图 5b, ACS 溶液的 η^* 值也随着 ω 的增加而减小, 而且这种减少在较高浓度下更为明显。根据 Tunick 等^[25] 的研究, 在频率扫描测试过程中, ACS 的分子间或分子内的相互作用可能被破坏或重组, 导致 ACS 的分子结构发生变化, 并最终影响其流变特性。而在高频率的情况下, 聚合物的分子间或分子内键可能发生断裂, 且不能在短时间内恢复重组, 这可能导致长链聚合物的永久解离, 从而降低 ACS 的 η^* , 这可能是由于 ACS 的不规则网络构象造成的^[19,26-27]。

2.3.4 ACS 的模量与复合粘度 不同浓度的 ACS 溶液的 G' 、 G'' 与温度之间的关系见图 6a。在升温扫描过程中, ACS 的 G' 、 G'' 变化趋势相似。在 5~45 °C 范围内 G' 和 G'' 基本稳定; 但后来随着温度的升高而增加, 然后趋于平缓。 G' 和 G'' 的增加可能是因为, 在升温过程中, 淀粉颗粒吸水膨胀, 体积增大, 直链淀粉从淀粉颗粒中溶出, 进而与淀粉颗粒相互缠绕形成网络结构^[25]。ACS 溶液曲线上的 G' 和 G'' (2.5%~12.5%, w/v) 的交叉点在 75、73、57、52 和 47 °C。图 6a 可

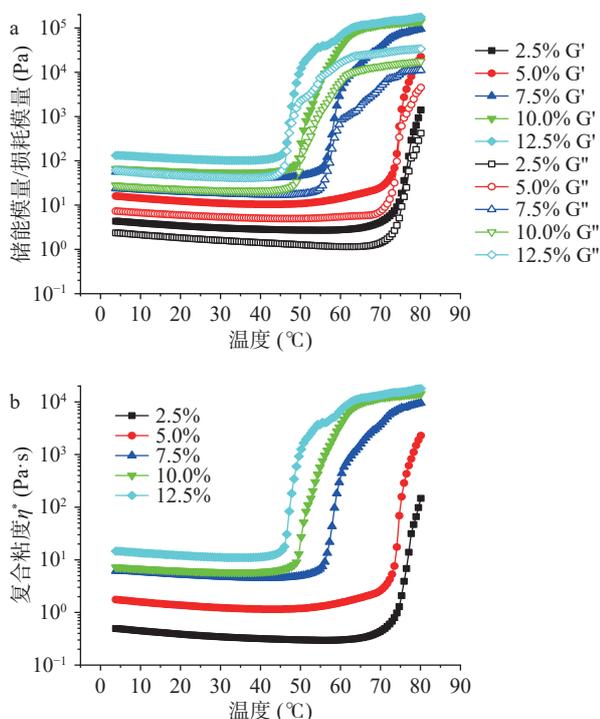


图 6 不同浓度 ACS 糊液模量与复合粘度曲线图

Fig.6 Modulus of ACS at different concentrations versus composite viscosity

注: a: 不同浓度 ACS 糊液的模量与温度关系图; b: 不同浓度 ACS 糊液的复合粘度与温度关系图。

以看出, ACS 糊液的弹性比粘性大, 因为溶液始终表现出类似于固体的状态($G' > G''$), 表明 ACS 为高弹性的凝胶结构。图中可以观察到 ACS 糊液模量的变化表现出很好的浓度依赖性, G' 和 G'' 交点的出现很大程度上依赖于 ACS 糊液的浓度, ACS 糊液浓度越高, 交点出现的越早。

不同浓度 ACS 的 η^* 与温度之间的关系见图 6b。图 6b 可以看出, 在最初的加热过程中(0~40 °C), ACS 的 η^* 随着加热的进行而缓慢下降, 但后来随着温度的升高而增加。 η^* 最初下降, 这种下降可能是由于刚开始随着温度的升高, 糊液中分子热运动加剧, 分子之间解缠能力提高, 网络结构被破坏, 糊液弹性下降。此外, 随着温度的进一步升高, η^* 急剧上升, 可能是因为随着温度的升高, 分子热运动进一步加剧, 分子链之间存在了大量的纠缠物, 并且多糖缠结物随着浓度的增加而增加, 导致糊液的弹性增加^[28-30], ACS 糊液表现出一种固体凝胶般的弹性特性。

3 结论

本研究中, 结构表征结果表明 ACS 在 1730 cm^{-1} 处出现了乙酰基团特征吸收峰, 表明 ACS 制备成功, 乙酰化反应并未改变其晶型, 但是降低了其热稳定性。流变学结果表明 ACS 是一种假塑性流体, 有剪切变稀行为, 其流动曲线符合 Cross 模型; 其触变性随溶液浓度的增大而增大, 并表现出良好的弹性固体行为。与以往研究相比, 本研究对所制备的 ACS 进行了较为全面的表征分析, 综上所述, 因 ACS 所具备的良好流变特性, 能作为优良的增稠剂、乳化稳定剂、胶凝剂、粘结剂等, 可广泛应用于焙烤制品、速冻水饺、方便面生产等食品工业生产中。因此, 本研究为进一步拓展其在食品工业中的应用提供了一定的理论参考。此外, 关于不同取代度 ACS 的结构及流变学行为之间的相关关系有待进一步研究。

参考文献

- [1] 王潇. 食用交联木薯淀粉醋酸酯的制备及应用[D]. 呼和浩特: 内蒙古工业大学, 2014. [WANG X. Preparation and application of edible cross-linked cassava starch acetate [D]. Hohhot: Inner Mongolia University of Technology, 2014.]
- [2] 王小军, 曹余, 高大伟, 等. 几种木薯变性淀粉对火腿肠品质的影响研究[J]. 农产品加工, 2019(11): 11-14. [WANG X J, CAO Y, GAO D W, et al. Study on the effect of several cassava modified starches on the quality of ham sausage[J]. Farm Products Processing, 2019(11): 11-14.]
- [3] 于泓鹏, 朱婉怡, 高群玉, 等. 食用醋酸酯淀粉制备和性质的研究[J]. 食品科学, 2003(7): 70-74. [YU H P, ZHU W Y, GAO Q Y, et al. Study on the preparation and properties of edible acetate starch[J]. Food Science, 2003(7): 70-74.]
- [4] 沈君利, 谢新玲, 张友全, 等. 浆液体系中木薯淀粉乙酰化反应均匀性及基团分布特征[J]. 化工学报, 2019, 70(6): 2351-2360. [SHEN J L, XIE X L, ZHANG Y Q, et al. Acetylation uniformity and distribution of acetyl group of cassava starch granule in aqueous slurry systems[J]. CIESC Journal, 2019, 70(6): 2351-2360.]
- [5] CUENCA P, FERRERO S, ALBANI O. Preparation and characterization of cassava starch acetate with high substitution degree

- [J]. *Food Hydrocolloids*, 2020, 100: 105431–105438.
- [6] TRELA, V D, RAMALLO, A L, ALBANI, O A. Synthesis and characterization of acetylated cassava starch with different degrees of substitution[J]. *Brazilian Archives of Biology And Technology*, 2020(63): e20180292.
- [7] AMID B T, MIRHOSSEINI H. Influence of different purification and drying methods on rheological properties and viscoelastic behaviour of durian seed gum[J]. *Carbohydrate Polymers*, 2012, 90(1): 452–461.
- [8] WURZBURG O B. Starch derivatives and modification, in methods in carbohydrate chemistry[M]. New York: Academic Press, 1964: 286–288.
- [9] 黄群惠, 黄志芸, 田文静, 等. 微波提取对百合多糖流变性及其生物活性的影响[J]. *食品与发酵工业*, 2021, 47(15): 171–177. [HUANG H Q, HUANG Z Y, TIAN W J, et al. Effect of microwave extraction on rheology and biological activity of lily polysaccharide[J]. *Food and Fermentation Industries*, 2021, 47(15): 171–177.]
- [10] WEI Y X, LIN Y B, XIE R, et al. The flow behavior thixotropy and dynamical viscoelasticity of fenugreek gum[J]. *Journal of Food Engineering*, 2015, 166: 21–28.
- [11] 魏燕霞, 谢瑞, 丁采荷, 等. N,O-羧化壳聚糖溶液的流动性、触变性以及动态粘弹性研究[J]. *食品工业科技*, 2016, 37(14): 98–107. [WEI Y X, XIE R, DING C H, et al. The flow behavior, thixotropy and dynamical viscoelasticity of N, O-carboxymethyl chitosan solutions[J]. *Science and Technology of Food Industry*, 2016, 37(14): 98–107.]
- [12] 谭洪卓. 甘薯淀粉流变学、热力学特性和分子结构研究及其在粉丝生产中的应用[D]. 无锡: 江南大学, 2007. [TAN H Z. Study on rheology, thermodynamic properties and molecular structure of sweet potato starch and ICS application in vermicelli production [D]. Wuxi: Jiangnan University, 2007.]
- [13] LI J W, MA J W, CHEN S J, et al. Characterization of calcium alginate/deacetylated konjac glucomannan blend films prepared by Ca²⁺ crosslinking and deacetylation[J]. *Food Hydrocolloids*, 2018, 82: 363–369.
- [14] KHURSHIDA S, MANAS J D, SANKAR C. D et al. Effect of dual modification sequence on physicochemical, pasting, rheological and digestibility properties of cassava starch modified by acetic acid and ultrasound[J]. *International Journal of Biological Macromolecules*, 2021, 188: 649–656.
- [15] CHATEL S, VOIRIN A, ARTAUD J. Starch identification and determination in sweetened fruit preparations. 2. Optimization of dialysis and gelatinization steps, infrared identification of starch chemical modifications[J]. *Food Chemistry*, 1997, 45(2): 425–430.
- [16] LEMOS P V F, BARBOSA L S, RAMOS I G, et al. The important role of crystallinity and amylose ratio in thermal stability of starches[J]. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 2018, 131(3): 2555–2567.
- [17] 林丽菁, 童张法, 赵奕玲, 等. 高取代度淀粉磷酸酯的理化性质及结构表征[J]. *化学研究与应用*, 2006, 18(1): 44–48. [LIN L J, TONG Z F, ZHAO Y L, et al. Physicochemical properties and structural characterization of highly substituted starch phosphate esters[J]. *Chemical Research and Applications*, 2006, 18(1): 44–48.]
- [18] SONG S, LIU X Y, DING L, et al. Conformational and rheological properties of bacterial cellulose sulfate[J]. *International Journal of Biological Macromolecules*, 2021, 183: 2326–2336.
- [19] NWOKOCHA L M, WILLIAMS P A. Rheological properties of a polysaccharide isolated from *Adansonia digitata* leaves[J]. *Food Hydrocolloids*, 2016, 58: 29–34.
- [20] NAJI S, RAZAVI S. M, KARAZHIYAN H. Effect of thermal treatment on functional properties of cress seed (*Lepidium sativum*) and xanthan gums: A comparative study[J]. *Food Hydrocolloids*, 2012, 28(1): 75–81.
- [21] VILLANUEVA M, RONDA F, MOSCHAKIS T, et al. Impact of acidification and protein fortification on thermal properties of rice, potato and cassava starches and rheological behaviour of their gels[J]. *Food Hydrocolloids*, 2018, 79: 20–29.
- [22] WU Y, GUO R, CAO N, et al. A systematic rheological study of polysaccharide from *Sophora alopecuroides* L. seeds[J]. *Carbohydrate Polymers*, 2018, 180: 63–71.
- [23] LI X B, FANG Y P, ZHANG H B, et al. Rheological properties of gum arabic solution: From Newtonianism to thixotropy[J]. *Food Hydrocolloids*, 2011, 25: 293–298.
- [24] RINCÓN F, NOZ J M, PINTO G D, et al. Rheological properties of *Cedrela odorata* gum exudate aqueous dispersions[J]. *Food Hydrocolloids*, 2019, 23: 1031–1037.
- [25] TUNICK M H. Small-strain dynamic rheology of food protein networks[J]. *Agric Food Chemistry*, 2011, 59: 1481–1486.
- [26] CAI W D, QIU W Y, DING Z C, et al. Conformational and rheological properties of a quaternary ammonium salt of curdlan[J]. *Food Chemistry*, 2019, 280: 130–138.
- [27] JUAN I M, CYRAS V P, GIUDICISSI S L, et al. Influence of the glycerol content and temperature on the rheology of native and acetylated starches during and after gelatinization[J]. *Journal of Applied Polymer Science*, 2015, 120(6): 3410–3420.
- [28] HESARINEJAD M A, KOOCHEKI A, RAZAVI S. Dynamic rheological properties of *Lepidium perfoliatum* seed gum: effect of concentration, temperature and heating/ cooling rate[J]. *Food Hydrocolloids*, 2014, 35: 583–589.
- [29] DING L, LIU Z, SONG S, et al. Structural characteristics and rheological properties of hydroxypropyl trimethyl ammonium chloride chitosan[J]. *International Journal of Biological Macromolecules*, 2022, 216: 312–321.
- [30] 江体乾. 化工流变学[M]. 上海: 华东理工大学出版社, 2004: 106. [JIANG T Q. Chemical rheology [M]. Shanghai: East China University of Science and Technology Press, 2004: 106.]