响应面优化微波法制备芭蕉芋淀粉接枝丙烯酸 高吸水性树脂工艺

黄赣辉1,顾千辉1,顾振宇2

(1.南昌大学 食品科学与技术国家重点实验室, 江西 南昌 330047; 2.浙江工商大学 浙江省食品安全重点实验室, 浙江 杭州 310035)

摘 要:研究响应曲面优化微波法制备芭蕉芋淀粉接枝丙烯酸高吸水性树脂的工艺。在单因素试验的基础上,采用响应曲面法研究单体用量、引发剂用量和单体中和度对树脂吸水倍率的影响,并对共聚物结构进行分析。结果表明,微波法制备芭蕉芋淀粉接枝丙烯酸高吸水性树脂的最佳工艺为单体丙烯酸与干淀粉比 8.2:1(mL/g)、引发剂用量为干淀粉质量的 2.8%、单体丙烯酸中和度 80.1% 时,此时树脂的吸水倍率为 769g/g。红外扫描吸收谱表明,接枝共聚物中存在着羧基、酰胺基等特征性亲水性基团。

关键词:芭蕉芋淀粉; 高吸水性树脂; 接枝共聚; 响应曲面

Optimization on Preparation Technology of Super Absorbent Resin Polymerized by Microwave with Gelatinized Starch from *Canna edulis* Ker and Acrylic Acid through Response Surface Methodology

HUANG Gan-hui¹, GU Qian-hui¹, GU Zhen-yu²

- (1. State Key Laboratory of Food Science and Technology, Nanchang University, Nanchang 330047, China;
- 2. Food Safety Key Laboratory of Zhejiang Province, Zhejiang Gongshang University, Hangzhou 310035, China)

Abstract: The synthetic conditions of super absorbent resin from *Canna edulis* Ker starch and acrylic acid under microwave irradiation were studied. Based on single factor test, response surface methodology (RSM) was applied to investigate the effects of ratios of acrylic acid to starch, dose of initiator, neutralization ratio of acrylic acid by NaOH on the water-absorbent rate. The structure of co-polymers have been analyzed. The optimum preparation conditions were mass ratio of monomer to starch at 8.2:1, 2.8% initiator (accounts for the proportion of starch quality), neutralization ratio of acrylic acid at 80.1%. In this case, the water absorbency was 769 g/g. Infrared scanning spectra indicated that co-polymer had characteristic hydrophilic group such as carboxyl group, amide group.

Key words: Canna edulis Ker starch;super absorbent resin;graft copolymer;response surface methodology中图分类号: TS207.3文献标识码: A文章编号: 1002-6630(2012)10-0124-07

微波是一种频率在 300MHz~300GHz,波长在 1m~ 1mm 范围内的电磁波。微波的高频对极性介质进行作用,可促进单体或反应液快速升温,且加热均匀,避免了传统加热方式加热速度慢、受热不均匀等缺点,具有内部加热、清洁、节能和体系易控制等优点[1-4]。近年来,国内外对微波合成反应的研究进行了大量的报道,微波技术在聚合反应中也得到了广泛的应用[5-10]。

本实验以芭蕉芋淀粉和丙烯酸为主要原料,利用淀 粉多羟基易于吸收微波的特点,在传统制备方法基础 上,采用微波辐射合成新工艺,研究以过硫酸铵为引发剂、N,N'-亚甲基双丙烯酰胺为交联剂在水溶液中的共聚反应规律。

1 材料与试剂

1.1 材料与试剂

芭蕉芋淀粉(产地:贵州兴义市) 市售;丙烯酸 (AR) 天津市永大化学试剂有限公司;过硫酸铵(AR)、N,N'-亚甲基双丙烯酰胺(CP)、氢氧化钠(AR)、无水乙

收稿日期: 2011-05-03

醇(AR) 成都市科龙化工试剂厂; 丙酮(AR) 衢州巨化 试剂有限公司。

1.2 仪器与设备

真空干燥箱 上海森信实验仪器有限公司; JB90 型无级调速电动搅拌机、866A-0 型电热鼓风干燥箱 上海精科实业有限公司; EV025LC7-NR 型蒸立方微波炉 美的微波电器制造有限公司; Nicolet 380 傅里叶变换红外光谱仪 美国 Thermo electron corporation 公司; 粉碎机九阳股份有限公司。

1.3 接枝共聚物制备方法

芭蕉芋淀粉糊化:在微波专用器皿中加入3.0000g 芭蕉芋淀粉,加入适量的蒸馏水,搅拌,使其形成均 匀的淀粉乳。将其放入微波炉中,在一定的功率和时 间下进行糊化,糊化完全后,待其冷却至常温,待用。

聚合反应:准确量取所需的单体(丙烯酸)体积,加入氢氧化钠,中和到一定的中和度,冷却至常温后,加入装有糊化淀粉乳的微波专用器皿中,不断搅拌直至混合均匀。依次加入反应所需的引发剂(过硫酸铵)和交联剂(N,N'-亚甲基双丙烯酰胺),迅速盖上反应器皿的盖子,放入微波炉中,在一定的微波功率下反应一段时间后,结束实验。

接枝共聚物洗涤:聚合产物用无水乙醇洗涤 2~3次,于75℃真空干燥至质量恒定,再经粉碎和过筛后,得到晶状高吸水性树脂。

接枝共聚物纯化:定量称取接枝粗产物于索氏提取器,以丙酮作溶剂,抽提24h,除去均聚物,于80℃热风干燥箱干燥至质量恒定,得纯接枝共聚物。

1.4 树脂吸水倍率的测定

准确称取 0.1000g(干基)干燥后的样品于烧杯中,然后加入 200mL 去离子水,待吸水完毕后用 100 目网筛过滤,滤至 3 min 之内无水滴滴下为止。

2 结果与分析

2.1 单因素试验

2.1.1 微波功率对树脂吸水倍率的影响

芭蕉芋淀粉乳质量分数 3.6%,在 1000W 微波功率下进行糊化 4min,单体丙烯酸与芭蕉芋干淀粉质量比为 8:1,丙烯酸中和度为 80%,引发剂过硫酸铵和交联剂 N,N′-亚甲基双丙烯酰胺的用量分别为芭蕉芋干淀粉的 3% 和 0.9%,改变反应微波功率,在微波炉中反应 3min,制备芭蕉芋淀粉接枝丙烯酸高吸水性树脂的吸水倍率如图 1 所示。

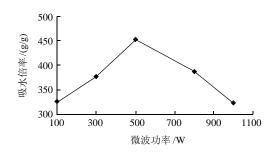


图 1 反应微波功率对树脂吸水倍率的影响 Fig.1 Effect of microwave power on water absorption of resin

在反应中, 微波主要起到提供能量的作用, 微波 功率的大小对树脂的吸水倍率有很大影响。当微波功率 过低时,反应温度低,反应速率减慢,降低反应效率; 实验中容器吸热、环境升温等因素造成体系能量的损 耗,从而造成反应不完全;另外微波加热时功率过低, 容易使得体系受热不均匀,反应程度不均匀,影响树 脂的吸水性能, 使得树脂的吸水倍率下降。反应微波 功率过高时, 反应体系温度在短时间内骤升, 导致聚 合反应剧烈,不宜形成具有良好网路结构的树脂;体 系温度较高,容易造成丙烯酸的大量挥发,从而使得 淀粉接枝不完全; 另外, 由于体系温度高, 反应速度 快, 易造成反应液飞溅, 产物的形态在短时间内有较 大变化,因此反应不容易控制。从图1可知,过高或 过低的微波功率都影响树脂的吸水倍率, 当反应微波功 率在500W时,所得到的树脂的吸水倍率最高,且反 应条件较温和,因此,采用500W作为聚合反应时的 微波功率。

2.1.2 糊化时间对树脂吸水倍率的影响

芭蕉芋淀粉糊化时依次改变糊化时间,接枝反应微波功率为500W,其他反应条件同2.1.1 节所述,树脂的吸水倍率如图2所示。

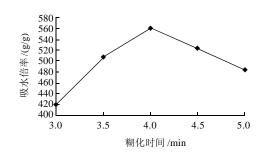


图 2 淀粉糊化时间对树脂吸水倍率的影响 Fig.2 Effect of gelatinization time of starch on water absorption of resin

由图 2 可知,随着糊化时间的延长,树脂的吸水 倍率逐渐增加,当反应时间在 4min 时,树脂的吸水倍 率最大值。糊化时间少于4min时,随着糊化时间的延长,淀粉颗粒吸水膨胀,达到一定时间后,高度膨胀的淀粉颗粒间相互接触,变成半透明的黏稠糊状,有利于接枝共聚,并使产物分子质量提高,产物的吸水倍率增加;糊化时间超过4min以后,溶解的淀粉之间趋向于平行排列,经氢键结合成结晶性结构,不溶于水,而且淀粉糊的胶体结构被破坏,使淀粉的溶解性降低,不利于淀粉的接枝共聚,导致吸水倍率降低。因此,选用4min作为聚合反应时的糊化时间。

研究[11-12]表明,在适当的微波条件下,对芭蕉芋淀粉进行加热使其在水中发生溶胀、分裂形成均匀的糊状溶液,糊化淀粉的接枝效果通常比直接采用原淀粉的效果更好,其中的原因是由于淀粉经糊化后,分子链在水中得到一定程度的伸展,与单体、引发剂和交联剂的相容性提高,淀粉链上的羟基更加容易被引发形成接枝活性点;淀粉分子链的伸展使淀粉大分子链间的距离增大,接枝支链就不容易随淀粉链发生链转移,提高了接枝产物的分子质量;微波能具有良好穿透性能,淀粉加热糊化时,能使淀粉的结晶度下降,无定形区增大,从而增加了单体与引发剂与淀粉接枝活性点的接触机率[13-14]。

2.1.3 淀粉乳质量分数对树脂吸水倍率的影响

反应条件如 2.1.1 节所述, 依次改变芭蕉芋淀粉乳质量分数(2.9%、3.2%、3.6%、4.1%、4.8%), 所得树脂的吸水倍率如图 3 所示。

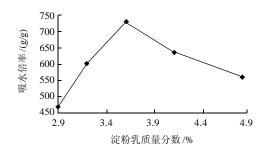


图 3 淀粉乳质量分数对树脂吸水倍率的影响

Fig.3 Effect of concentration of starch on water absorption of resin

由图 3 可知,树脂的吸水倍率随着淀粉乳质量分数的增加呈现增长后减小的趋势。这是因为淀粉乳质量分数的大小直接影响到接枝树脂的空间网络结构的形成。当质量分数过小时,整个反应体系的质量分数也较小,不利于单体与淀粉自由基链接触并发生接枝共聚反应;另外淀粉在接枝共聚反应中是聚合的骨架,当质量分数过小时,不利于交联反应,从而影响树脂的分子质量,形成的产物是水溶性的。当淀粉乳质量分数过高时,整个体系的相对质量分数会很高,这样会导致体系的黏度增大,严重影响了单体与淀粉自由基链接触,导致接

枝共聚反应不完全;此外,质量分数过高导致交联反应 极其容易发生,使得产物交联过度,造成树脂的吸水 倍率较低。因此,本实验采用芭蕉芋淀粉质量分数为 3.6%。

2.1.4 反应时间对树脂吸水倍率的影响

反应条件如 2.1.1 节所示,只改变反应时间(2、2.5、3、3.5、4min),制备所得树脂的吸水倍率如图 4 所示。

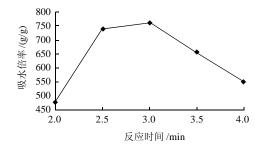


图 4 反应时间对树脂吸水倍率的影响 Fig.4 Effect of reaction time on water absorption of resin

微波法制备淀粉接枝丙烯酸高吸水性树脂,可以加快反应速度,但是其反应还是自由基机理,微波辐射加快了接枝聚合的反应速度,大大地缩短了反应周期,吸水性能也有所提高[15]。从图 4 可知,树脂的吸水倍率在反应时间为 3min 时达到最大,这是因为随着微波辐射时间的延长,所得到的反应产物中具有吸水能力的淀粉丙烯酸接枝共聚物也就越多,树脂的吸水倍率随着增加。但微波持续辐射时间过长时,产物的交联度过大,出现糊斑,使得树脂的吸水倍率下降。因此,本实验采用微波辐射 3min 作为最佳反应时间。

2.1.5 单体用量对树脂吸水倍率的影响

改变单体丙烯酸溶液的用量(18、21、24、27、30mL),其他反应条件如2.1.1 节所示,制备所得树脂的吸水倍率如图5所示。

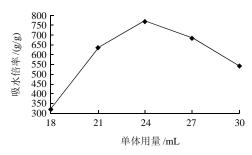


图 5 单体用量对树脂吸水倍率的影响

Fig.5 Effect of concentration of monomer on water absorption of resin

在一定的加入量范围之内,增加单体丙烯酸的用量,有利于提高淀粉的接枝效率和接枝链的平均相对分

子质量,从而增加树脂的吸水倍率; 当单体用量过高时,淀粉的空间位阻效应显著,丙烯酸本身的均聚反应几率增大,从而对淀粉接枝丙烯酸的聚合反应有所抑制,影响接枝效率、支链相对分子质量以及树脂的吸水倍率等。从图 5 可以看出,当单体丙烯酸用量为 24mL(与淀粉的质量比为 8:1)时,树脂的吸水倍率最高,因此本实验单体用量选用 24mL(与淀粉的质量比为 8:1(mL/g))。

2.1.6 引发剂用量对树脂吸水倍率的影响

反应条件如 2.1.1 节,依次改变引发剂用量与芭蕉 芋淀粉质量之间的比例(2%、2.5%、3%、3.5%、4%), 制备所得树脂的吸水倍率如图 6 所示。

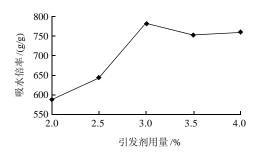


图 6 引发剂用量对树脂吸水倍率的影响

Fig.6 Effect of concentration of initiator on water absorption of resin

引发剂用量不仅影响反应速率,而且还影响到聚合物的分子质量。引发剂分解淀粉产生自由基的速率与引发剂用量呈正比关系,随着引发剂用量增加,产生的自由基增多,提高了反应速度;但引发剂用量过多,由于自由基反应所引起的链终止反应及单体自由基密集所引起的均聚反应几率也增加,从而影响活性接枝侧链的增长,树脂的吸水倍率下降。从图6可知,引发剂用量占淀粉质量高于或低于3%时,树脂的吸水倍率都未达到最佳,因此,确定本实验的引发剂的用量是占淀粉质量的3%。

2.1.7 交联剂用量对树脂吸水倍率的影响

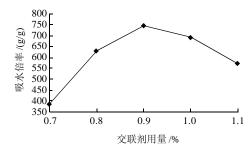


图 7 交联剂用量对树脂吸水倍率的影响

Fig.7 Effect of dose of cross linker on water absorption of resin

改变交联剂用量占淀粉的质量分数(0.7%、0.8%、0.9%、1.05、1.1%),固定其他反应条件如2.1.1节,制备所得树脂的吸水倍率如图7所示。

反应中加入交联剂,一方面可以有利于树脂形成较好的三维网络结构,有利于增加吸水倍率,另一方面,可以增加亲水基团的密度,同样有利于提高树脂的吸水倍率。但是,交联剂的用量不宜过低或过高,用量过少,形成的交联点过少,不能形成完整的三维网络结构,树脂的吸水倍率较低;用量过高,会使过密的网络结构中的微孔变小,树脂吸水后溶胀时不易扩张,导致吸水倍率下降。从图7可以看出,当交联剂用量为淀粉0.9%时,制备所得的树脂的吸水倍率为最佳,因此,交联剂用量选用占淀粉质量分数的0.9%作为本实验的制备条件。

2.1.8 单体中和度对树脂吸水倍率的影响

改变单体的中和度(70%、75%、80%、85%、90%), 其他反应条件如2.1.1节, 制备所得树脂的吸水倍率如图8所示。

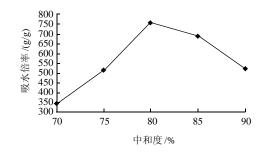


图 8 单体中和度对树脂吸水倍率的影响 Fig.8 Effect of neutralization degree of monomer content on water absorption of resin

由于单体丙烯酸容易发生自交联的均聚反应,从而严重影响淀粉与丙烯酸的接枝共聚反应。单体中和度过低时,接枝侧链中羧基含量太高,容易促使链间发生氢键的自交联反应,从而导致树脂网络结构交联过度,影响吸水倍率。从图8可知,本实验的单体丙烯酸中和度应采用80%作为制备条件。

2.2 响应曲面法优化制备工艺

2.2.1 响应曲面法试验设计

在单因素试验结果基础上,综合考虑各因素对树脂吸水倍率的影响,确定3个主要因素,根据Box-Behnken模型的中心组合试验设计原理,设计响应曲面试验对制备工艺进行优化试验设计,确定最优制备工艺。以树脂吸水倍率为响应值,自变量为单体用量、引发剂用

量、单体中和度,分别以 X_1 、 X_2 、和 X_3 代表,按方程 $x_i = (X_i - X_0)/\Delta X$ 对自变量进行编码,其中, x_i 为自变量的编码值, X_i 为自变量的真实值, X_0 为试验中心点处自变量的真实值, ΔX 为自变量的变化步长。因素编码及各自变量水平见表 1,试验安排及结果见表 2。

表 1 响应面法试验因素及水平

Table 1 Factors and levels of response surface experimental design

| 因素 | 水平 | | | |
|---------|----------------|----|----|--|
| | - 1 | 0 | +1 | |
| 单体用量/mL | 21 | 24 | 27 | |
| 引发剂用量/% | 2 | 3 | 4 | |
| 单体中和度/% | 70 | 80 | 90 | |

注: 各自变量编码值与真实值之间的关系分别为: $x_1 = (X_1 - 24)/3$, $x_2 = (X_2 - 3)/1$, $x_3 = (X_3 - 80)/10$ 。

2.2.2 模型方程的建立与显著性检验

应用 Design-Expert 软件,对表 2 中的数据进行多元 回归拟合。选择对响应值显著的各项,进行回归方程 系数及其显著性检验。

表 2 响应面法试验设计与结果

Table 2 Response surface experimental trials and their results

| 试验号 | X_1 | X_2 | V | 吸水倍 | 吸水倍率 /(g/g) | |
|-----|----------------|------------|------------|-----|-------------|--|
| | | A 2 | X_3 | 真实值 | 预测值 | |
| 1 | - 1 | — 1 | 0 | 526 | 523.87 | |
| 2 | -1 | 1 | 0 | 623 | 617.12 | |
| 3 | 1 | — 1 | 0 | 442 | 447.87 | |
| 4 | 1 | 1 | 0 | 574 | 576.12 | |
| 5 | -1 | 0 | -1 | 507 | 505.75 | |
| 6 | -1 | 0 | 1 | 588 | 590.50 | |
| 7 | 1 | 0 | -1 | 483 | 480.50 | |
| 8 | 1 | 0 | 1 | 616 | 617.25 | |
| 9 | 0 | — 1 | - 1 | 672 | 675.37 | |
| 10 | 0 | — 1 | 1 | 603 | 598.38 | |
| 11 | 0 | 1 | -1 | 653 | 657.62 | |
| 12 | 0 | 1 | 1 | 621 | 617.83 | |
| 13 | 0 | 0 | 0 | 765 | 774.00 | |
| 14 | 0 | 0 | 0 | 780 | 774.00 | |
| 15 | 0 | 0 | 0 | 778 | 774.00 | |
| 16 | 0 | 0 | 0 | 772 | 774.00 | |
| 17 | 0 | 0 | 0 | 775 | 774.00 | |

单体用量(X_1)、引发剂用量(X_2)和单体中和度(X_3)与树脂吸水倍率之间的二次多项回归方程:

 $Y=774+55.38X_1-29.25X_2+0.37X_3-160.75X_1^2-72X_2^2-64.75X_3^2+8.75X_1X_2+13X_1X_3+9.25X_2X_3$

回归方差分析显著性检验(表 3)表明,单体用量、引发剂用量两因素对树脂吸水倍率的线性效应最显著; 各因子间明显交互作用比较明显。在本试验设计范围 内,该模型回归显著(P < 0.0001)。模型的复相关系数为 0.9985,说明该模型能解释 99.85%响应值的变化,即该模型与实际实验拟合良好,证明应用响应曲面法优化制备芭蕉芋淀粉接枝丙烯酸高吸水性树脂工艺可行。

表 3 回归方程系数及其显著性检验

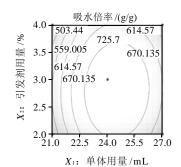
Table 3 Regression coefficient and significance test

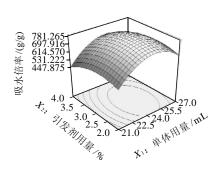
| 模型项 | 系数估计 | 标准差 | 平方和 | 均方 | F 值 | P 值 |
|----------|---------|------|----------|----------|------------|----------|
| 模型 | | | 0.0519 | 21599.42 | 508.65 | < 0.0001 |
| 截距 | 774.00 | 2.91 | | | | |
| X_1 | 55.38 | 2.30 | 24531.13 | 24531.13 | 577.69 | < 0.0001 |
| X_2 | -29.25 | 2.30 | 6844.50 | 6844.50 | 161.18 | < 0.0001 |
| X_3 | 0.37 | 2.30 | 1.13 | 1.13 | 0.026 | 0.8753 |
| X_1^2 | -160.75 | 3.18 | 0.0511 | 0.0511 | 2562.21 | < 0.0001 |
| X_2^2 | -72.00 | 3.18 | 21827.37 | 21827.37 | 514.02 | < 0.0001 |
| X_3^2 | -64.75 | 3.18 | 17652.89 | 17652.89 | 415.71 | < 0.0001 |
| X_1X_2 | 8.75 | 3.26 | 306.25 | 306.25 | 7.21 | 0.0313 |
| X_1X_3 | 13.00 | 3.26 | 676.00 | 676.00 | 15.92 | 0.0053 |
| X_2X_3 | 9.25 | 3.26 | 342.25 | 342.25 | 8.06 | 0.0251 |
| | | | | | | |

注: 复相关系数 $R^2 = 0.9985$ 。

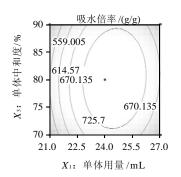
2.2.3 响应面分析

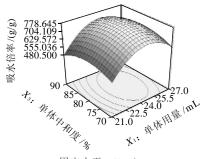
由回归方程所作的响应曲面图如图 9 所示,可以看出,单体用量(X_1)和引发剂用量(X_2)是影响树脂吸水倍率的最显著因素,单体中和度(X_3)对其影响较小。从等高线的形状可以反映出单体用量(X_1)、引发剂用量(X_2)的交互作用较显著。



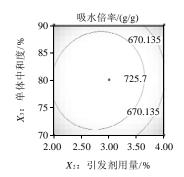


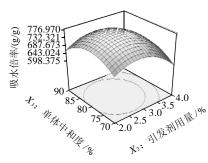
固定水平: $X_3=0$ 。 A.单体用量和引发剂用量





固定水平: $X_2=0$ 。 B.单体用量和中和度





固定水平: $X_{1}=0$ 。 C.引发剂用量和单体中和度

图 9 两因素交互作用对制备工艺影响的等高线和响应曲面图 Fig.9 Contour plot for two factors interactions on water absorption of resin

对回归方程求导,并令其等于零,可以得到曲面的最大点,即 3 个主要因素的最佳水平值,分别是 $X_1 = 0.1673$ 、 $X_2 = -0.1926$ 、 $X_3 = 0.0059$,转换后得到制备的最佳条件为:单体丙烯酸用量 24.5mL、引发剂用量

占淀粉质量的 2.8%、单体丙烯酸中和度 80.1%, 其对应的响应值为 781g/g。为了进一步验证最优制备条件,采用上述条件进行实验,结果制备所得树脂的吸水倍率为 769g/g。实验表明,采用响应面法优化微波法制备芭蕉芋淀粉接枝丙烯酸高吸水性树脂工艺准确可靠,具有实用价值。

2.3 结构表征

取 2g 经过丙酮纯化的样品,放入 100mL 烧杯中,加入 100mL 无水乙醇搅拌 30min,经砂芯漏斗过滤后,在 55℃烘箱中干燥 24h,然后把纯的接枝产物和芭蕉芋淀粉分别用 KBr 压片,采用傅里叶变换红外光谱仪测定红外吸收曲线。接枝产物和芭蕉芋淀粉的红外谱图如图 10 所示。

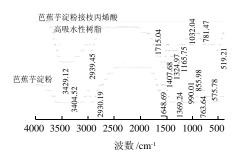


图 10 芭蕉芋淀粉和淀粉接枝丙烯酸的红外光谱图 Fig.10 IR spectra of native starch from *Canna edulis* Ker and the starch grafted with acrylic acid

由芭蕉芋淀粉接枝丙烯酸高吸水性树脂的红外吸收 谱图(图 10)可知,在 3429.12cm⁻¹ 处出现了 O — H 伸缩振 动吸收峰,在 1324.97cm⁻¹ 处有 O — H 的面内变形振动以及在 1032.04cm⁻¹ 处有 C — O 的伸展振动的特征峰,另外,在 2939.45cm⁻¹ 处出现了—[CH₂ — CH —]。的特征峰。这些特征峰在芭蕉芋淀粉的红外谱图中也在相同或相近的位置出现了,因此,可以确定产品是以芭蕉芋淀粉为骨架的。淀粉接枝丙烯酸谱图在 1715.04cm⁻¹ 处出现了丙烯酸多聚体 C = O 的特征吸收峰以及在 1570.16cm⁻¹ 处有较强的— NH 特征吸收谱带,为接枝丙烯酸的特征吸收峰,而这一特征峰在芭蕉芋原淀粉谱图中并未出现。说明丙烯酸单体已经与淀粉发生了接枝共聚反应,形成了稳定的共聚物,而不是简单丙烯酸均聚物与淀粉的混合物。

3 结 论

3.1 以树脂的吸水倍率为指标,对微波法制备条件进行了初步研究,探讨了反应微波功率、糊化时间、淀粉乳质量分数、反应时间、单体用量、引发剂用量、交联剂用量、单体中和度等因素对树脂吸水倍率的影

- 响,通过响应面分析法确定出最佳制备条件为单体丙烯酸与干淀粉比为8.2:1(mL/g)、引发剂用量占淀粉质量的2.8%、单体丙烯酸中和度为80.1%。
- 3.2 本实验采用微波糊化芭蕉芋淀粉工艺,不但具有糊化淀粉的作用,而且微波能可以破坏淀粉的晶体结构,使得淀粉的结晶度下降,从而有利于淀粉的接枝改性。因此,微波糊化工艺不仅能大量的节省反应时间,而且能够提高产品的产率和性能。采用微波法制备芭蕉芋淀粉接枝丙烯酸高吸水性树脂,与传统工艺相比,大大地缩短了生产周期,具有清洁、方便、高效、产物吸水倍率高等优点,有利于淀粉类高吸水性树脂的工业化生产,是一种值得推广的合成方法。

参考文献:

- REGIER M, SCHUBERT H. Microwave processing[M]// RICHARDSON P. Thermal technologies in food processing. Cambridge: Woodhead Publishing, 2001.
- [2] 金钦汉, 戴树珊, 黄卡玛. 微波化学[M]. 北京: 科学出版社, 2001: 145.
- [3] SCHUBERTH, REGIER M. The microwave processing of foods[M]. Cambridge: Woodhead Publishing, 2005.
- [4] OHLSSON T, BENGTSSON N. Microwave technology and food[J]. Advances in Food and nutrition Research, 2001: 65-140.

- [5] LU Jianmei, ZHU Xiulin, JI Shunjuan, et al. Microwave radiation copolymerization in solid state of malefic ambydride and allytbiourea[J]. J Appl Polym Sic, 1998, 68(10): 1563-1566.
- [6] GEDYE R, SMITH F, WESTAWAV K. The use of microwave ovens for rapid organic synthesis[J]. Tetrahedron Letters, 1986, 27(3): 279-282
- [7] GIGUERE R J, BRAY T L, DUNCAN S M. Application of commercial microwave ovens to organic synthesis[J]. Tetrahedron Letters, 1986, 27 (41): 4945-4948.
- [8] 伍亚华, 石亚中. 微波合成甘薯淀粉基高吸水树脂[J]. 应用化工, 2009, 38(7): 958-961.
- [9] 姜绍通, 伍亚华, 潘丽军, 等. 淀粉基高吸水树脂的制备新方法[J]. 合肥工业大学学报: 自然科学版, 2006, 29(3): 260-263.
- [10] 何德林,王锡臣. 微波技术在聚合反应中的应用研究进展[J]. 高分子材料科学与工程, 2001, 17(1): 20-24.
- [11] 杨新革, 刘兴武. 微波法合成淀粉丙烯酸高吸水性树脂的研究[J]. 临 沂师范学院学报, 2008, 30(3): 66-70.
- [12] 巩倩, 陈夫山. 原材料的选择和处理对合成淀粉接枝丙烯酸/丙烯酰 胺高吸水树脂的影响[J]. 皮革化工, 2006(5): 23-27.
- [13] LUO Zhigang, HE Xiaowei, FU Xiong, et al. Effect of microwave radiation on the physicochemical properties of normal maize, waxy maize and amylomaize V starches[J]. Starch, 2006, 58(9): 468-474.
- [14] 邱怡, 叶君, 熊犍. 微波辐射对淀粉结构及性质的影响[J]. 高分子通报, 2007(2): 57-62.
- [15] TONG Zheng. Application of microwave energy in synthesis of superabsorbent[C]// Proceedings of the 2004 China-Japan Joint Meeting on Microwave. Harbin, 2004: 243-246.