

反复/连续湿热制备淀粉-脂质复合物及其性质分析

封永婷¹, 许美娟², 赵晓冬¹, 杨佩瑜¹, 邹建^{1,2*}, 周彬¹

(¹湖北工业大学生物工程与食品学院 武汉 430000

²河南牧业经济学院食品与生物工程学院 郑州 450000)

摘要 为了解决目前制备淀粉-脂质复合物存在的复合率低、工艺复杂、产生工业废液污染物等问题,本研究利用反复/连续交替湿热技术制备高复合率的高直链玉米淀粉-大豆卵磷脂复合物,并对优化的复合物进行结构、理化和预测血糖指数的测定。结果表明,通过单因素实验和正交试验确定最高复合率条件为:湿热处理温度 140 ℃,连续湿热处理时间 4 h,反复湿热处理 6 次,交替周期为 2 周期,得到复合率最大(59.05%)的淀粉-卵磷脂复合物。傅里叶红外光谱测定表明大豆卵磷脂特有的 2 个吸收峰(2 710 cm⁻¹ 和 2 680 cm⁻¹) 在复合物中未出现,验证了此改性技术成功地将大豆卵磷脂复合在淀粉的螺旋空腔中,通过 X-射线衍射图谱观察到复合物在衍射角 20° 时衍射峰强度明显增加。此外,复合物冻融稳定性明显提升,预测血糖指数显著降低。结论:反复/连续交替湿热技术作为一种绿色安全、操作简单的物理改性技术,提高了淀粉-卵磷脂复合物的复合率,并显著降低了淀粉的预测血糖指数,为淀粉复合物的发展提供了新思路。

关键词 高直链玉米淀粉; 卵磷脂; 复合物; 湿热处理; 预测血糖指数

文章编号 1009-7848(2024)05-0313-08 DOI: 10.16429/j.1009-7848.2024.05.026

淀粉和脂质是食物中重要的营养物质,两者结合形成的淀粉-脂肪复合物具有较好的抗消化特性,是预防 2 型糖尿病、肥胖、心血管疾病和肠道癌的最佳选择^[1]。此外,该复合物具有与益生元相似的功效,在进入大肠后,被微生物发酵利用,产生可用于改善身体血糖代谢,预防肠道疾病的短链脂肪酸^[2]。

淀粉-脂质复合物的形成机制是:淀粉的线性链通过氢键扭曲,形成一个疏水的螺旋腔结构,它可以结合疏水配体,如脂质^[1]。目前创制淀粉-脂质复合物通常用淀粉与有机酸或脂类进行复合,主要方法有:挤压蒸煮法^[3]、蒸汽喷射蒸煮法^[4]、超高压处理法^[5]、磷酸化酶催化合成法^[6]、二甲基亚砜法^[7]和酸碱沉淀法^[8]。这些合成方法中有些属于复合率低、生产效率低且破坏淀粉颗粒结构的制备方法,如挤压蒸煮法、蒸汽喷射蒸煮法;有些属于对设备要求高、难以连续生产的方法,如超高压处理法;有些属于生产工艺复杂、产生大量工业废液

污染环境的制备方法,如磷酸化酶催化合成法、二甲基亚砜法和酸碱沉淀法。急需低能耗、低成本、绿色高效且保留淀粉天然特性的合成方法,使复合物得到广泛推广和应用。

湿热处理是一种绿色、安全、高效的物理改性技术。前期有研究发现反复热处理(湿热处理、糊化处理、干热处理)和连续热处理(湿热处理、糊化处理、干热处理)均能影响淀粉分子链的排列,改变淀粉螺旋空腔结构,而改变程度不一^[9-11]。为了让脂质等配体最大限度地包埋进淀粉螺旋空腔内,本研究在前期基础上^[9]对湿热技术进行创新,获得反复/连续交替湿热技术。以高直链玉米淀粉为原料,将其与大豆卵磷脂复合,探索湿热处理温度、反复湿热处理次数、连续湿热处理时间及交替周期 4 个单因素对制备高直链玉米淀粉-卵磷脂复合物(以下简称复合物)复合率的影响,并通过正交试验得出制备高复合率复合物的最佳工艺参数,同时对优化后的高复合率、高卵磷脂含量的复合物进行结构及理化性质分析,为淀粉-脂质复合物在食品工业中的应用提供理论参考。

收稿日期: 2023-05-29

基金项目: 河南省级科技研发计划联合基金(应用攻关类)项目(222103810070); 河南省科技攻关项目(212102110342)

第一作者: 封永婷,女,硕士生

通信作者: 邹建 E-mail: zoujianzz@126.com

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

高直链玉米淀粉,河南新孚望新材料科技有

限公司;大豆卵磷脂,安庆市中创工程技术有限责任公司。

1.2 仪器与设备

WQF-530型傅里叶红外仪,北京北分瑞利仪器有限公司;D/max 2200 PC型X-射线衍射分析仪,日本理学公司;UV-6100型紫外-可见分光光度计,上海元析仪器有限公司;澳大利亚NI全自动酶消化系统GI20、葡萄糖分析仪(GM9),北京天翔飞域国际有限公司。

1.3 试验方法

1.3.1 复合物制备 称取100 g的高直链玉米淀粉,用红外水分测定仪测定淀粉中的水分,计算平衡水分到20%所需要的蒸馏水的量,用相应的蒸馏水加入1.5 g的大豆卵磷脂水浴使其充分溶解,然后加入到盛有上述高直链玉米淀粉的蓝盖丝口瓶中搅拌均匀,密封后在室温下放置24 h以平衡水分。

将上述样品于烘箱中,设置不同温度(湿热处理温度的单因素条件:100,110,120,130,140℃),烘4 h,然后室温冷却1 h,获到湿热1次的样品;再将湿热1次的样品重复上述反应温度烘4 h,室温冷却1 h,得到反复2次的样品,以此类推,得到反复湿热不同次数的样品(反复湿热处理次数的单因素条件:2,4,6,8,10次)。将冷却后的样品在一定温度下烘干,设置不同烘干时间(连续湿热处理时间的单因素条件:2,4,8,12,24 h),自然

冷却至室温,将上述步骤重复不同周期(交替周期的单因素条件:1,2,3,4,5个周期)后,用1:1的乙醇水对上述制品进行3次洗涤,以除去游离的脂质,于45℃烘干(使样品水分含量低于10%),粉碎过100目筛,即得到淀粉-卵磷脂复合物。

1.3.2 复合率测定

1.3.2.1 样品的制备 将一定量复合物(0.2 g)和蒸馏水(1 mL)于离心管中混合,用均质机使混合物分布均匀,然后离心(5 000 r/min,15 min)取上清液。

1.3.2.2 碘溶液的制备 定量称取碘化钾(1 g)和碘(0.6 g),溶于25 mL蒸馏水后定容50 mL。

在试管中加入15 mL蒸馏水、2 mL碘溶液及上述500 μL上清液,用紫外分光光度计在波长620 nm处测定吸光度,根据式(1)计算出复合率。

$$\text{复合率}(\%) = \frac{\text{淀粉溶液吸光度} - \text{淀粉-卵磷脂复合物吸光度}}{\text{淀粉溶液吸光度}} \times 100 \quad (1)$$

1.3.3 正交试验 正交试验以单因素实验为基础,设置相关因素为湿热处理温度、反复湿热处理次数、连续湿热处理时间和交替周期,以测得淀粉-卵磷脂复合物的复合率为表征,设计四因素三水平正交试验,即 $L_9(3^4)$ 正交试验,并对其进行验证。

表1 正交试验因素水平表

Table 1 Orthogonal test factor level table

水平	因素			
	湿热处理温度(A)/℃	连续湿热处理时间(B)/h	反复湿热处理次数(C)/次	交替周期(D)/个
1	120	4	4	1
2	130	8	6	2
3	140	12	8	3

1.3.4 傅里叶红外测定 高直链玉米淀粉、大豆卵磷脂、复合物及混合粉($m_{\text{大豆卵磷脂}}:m_{\text{高直链玉米淀粉}}=1:67$)分别与溴化钾按质量比1:200的比例混合均匀,研磨后进行压片,扫描范围4 000~400 cm^{-1} 。

1.3.5 X-射线衍射测定 参考Zou等^[12]的测试方法,使用MDI-Jade 5.0软件预估结晶度。

1.3.6 冻融稳定性测定 参照Adebooye等^[13]的方法,精确称取样品(3.00 g)于烧杯中,加入50 mL

蒸馏水,配成6%的淀粉乳,并使用塑料保鲜膜封口,留一小口供玻璃棒搅拌。将其在95℃的水浴锅中糊化30 min后,冷却至室温,取10 mL样品糊于50 mL离心管中,加盖置于-14℃冰箱中冷冻22 h后取出,于25℃水浴锅中解冻2 h,此为冻融1次处理过程,同一条件下冻融循环1,2,3,4次,将冻融处理后的样品在3 000 r/min条件下离心15 min,弃上清液,称取沉淀物质量,按式(2)计算

析水率。

$$\text{析水率}(\%) = \frac{\text{糊质量} - \text{沉淀物质量}}{\text{糊质量}} \times 100 \quad (2)$$

1.3.7 预测血糖指数 参考 Zou 等^[12]的方法,利用 NI 全自动酶消化系统 G120 来模拟食物依次通过口腔、食道、胃部和小肠时的消化能力。

1.3.8 数据处理 分别采用 Minitab 19 和 Origin 2021 2 个软件对试验数据进行显著性分析和绘图,并且各数据重复测定 3 次。

2 试验结果

2.1 复合物制备的单因素实验

2.1.1 湿热处理温度对复合率的影响 由图 1a 可知,复合物的复合率在 130 °C 时达最大值,随后复合率开始降低。可能是反应温度(100~130 °C)的升高加快了反应体系内分子扩散速度,进而促进了直链淀粉与大豆卵磷脂的复合;而温度超过 130 °C 后复合率下降,可能是继续升温会破坏淀粉的直链螺旋结构,同时大豆卵磷脂不耐高温,一部

分大豆卵磷脂被氧化分解以至淀粉与卵磷脂的结合效率降低。这一结果与前人的研究结果一致,当温度高于 150 °C,由于热胀冷缩淀粉颗粒发生崩裂,破裂的颗粒黏度变低,导致油脂与淀粉结合的几率减小,因此 40~130 °C 是淀粉-脂质复合物形成的适宜温度范围^[14]。

2.1.2 反复湿热处理次数对复合率的影响 由图 1b 可观察到,反复湿热处理次数从 2 次到 6 次时,复合率从 41.54% 上升至 49.27%,处理 6 次的复合率达到最高,继续增加湿热处理次数,复合率降至 37.78%。这可能是因为反复湿热处理 6 次时大豆卵磷脂与直链淀粉的复合达到饱和,继续增加湿热处理次数会破坏已形成的复合物,导致复合物中的部分卵磷脂脱落,处于游离状态,最终被复合物制备过程中的乙醇水去除。

2.1.3 连续湿热处理时间对复合率的影响 从图 1c 可得出,连续湿热处理时间从 4 h 到 8 h 复合率升高了 63.26%,而从 8 h 至 12 h,复合率下降了 30.23%,这可能是因为连续湿热处理时间为 8 h

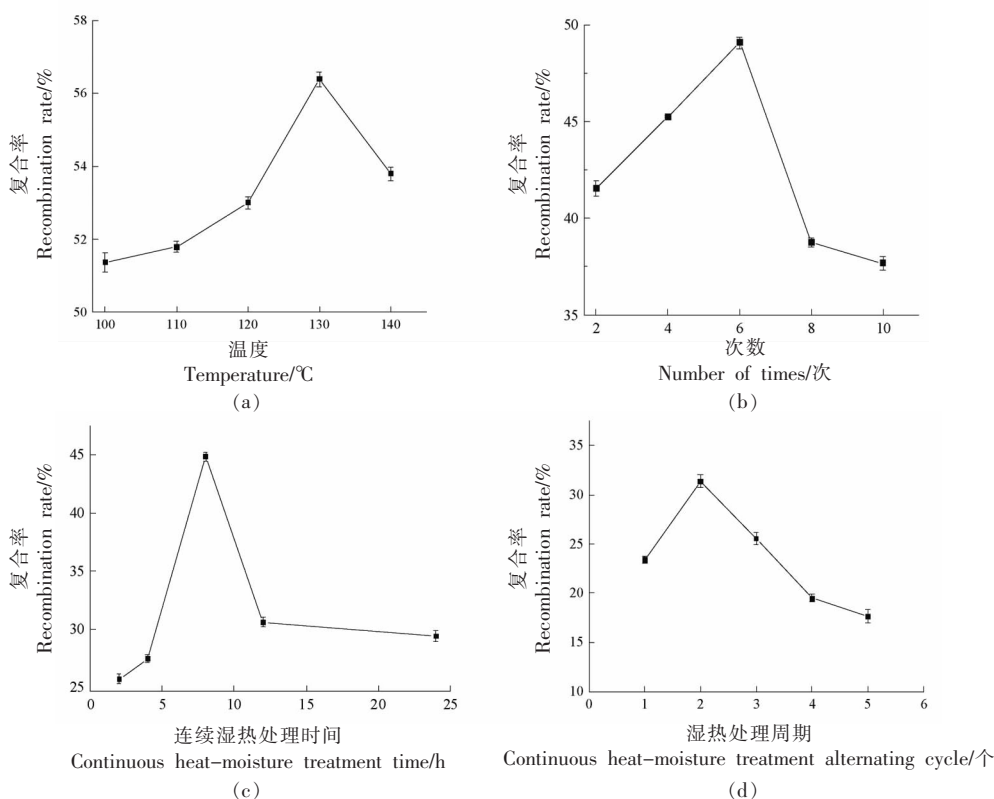


图 1 湿热处理温度(a)、反复湿热处理次数(b)、连续湿热处理时间(c)、交替周期(d)对复合率的影响
Fig.1 Effects of heat-moisture treatment temperature (a), times of repeated heat-moisture treatment (b), continuous heat-moisture treatment time (c), and alternating cycle (d) on recombination rate

时, 大多数的大豆卵磷脂已经被淀粉复合进螺旋空腔, 继续延长湿热处理时间, 复合反应不再进行。

2.1.4 交替周期对复合率的影响 由图 1d 可知, 随着反复/连续交替湿热处理周期的增加, 复合率呈现先上升后下降的现象。处理 2 周期时复合率上升至最大, 为 31.35%, 随着处理周期的增加, 复合率逐渐下降至 5 周期的 17.62%。原因是处理 2 周期时淀粉的螺旋空腔结构已充分打开, 将大豆卵磷脂最大限度的包埋。

2.2 复合物制备的正交试验

表 2 淀粉-卵磷脂复合物的正交设计结果

Table 2 Orthogonal design results of starch-lecithin complex

试验序号	试验条件(因素水平)				复合率/%
	A	B	C	D	
1	1	1	1	1	46.69
2	1	2	2	2	54.98
3	1	3	3	3	43.05
4	2	1	2	3	58.60
5	2	2	3	1	48.12
6	2	3	1	2	54.35
7	3	1	3	2	60.07
8	3	2	1	3	52.81
9	3	3	2	1	57.48
K_1	0.4824	0.5512	0.5128	0.5076	
K_2	0.5369	0.5197	0.5702	0.5647	
K_3	0.5679	0.5163	0.5041	0.5149	
r	0.0855	0.0349	0.0661	0.0571	

2.3 官能团结构的测定

大豆卵磷脂特有的官能团醛基在 $2\ 880\sim 2\ 650\ \text{cm}^{-1}$ 会出现 2 个强度相近的中强吸收峰, 从局部放大图(图 2b)中可以看出大豆卵磷脂在 $2\ 710\ \text{cm}^{-1}$ 和 $2\ 680\ \text{cm}^{-1}$ 附近有 2 个强度相近的吸收峰, 混合物也显示相似的峰, 这说明混合物只是简单地将高直链玉米淀粉和大豆卵磷脂的官能团叠加, 并未发生实质性的反应。复合物在这 2 个波数的峰消失, 进一步验证大豆卵磷脂被复合进了高直链玉米淀粉的螺旋腔中, 从而此峰没有显露出来。此外, 在湿热处理过程中, 淀粉分子链延伸, 能够形成更多的直链淀粉, 更容易与脂肪酸复合, 形成直链淀粉-脂肪酸复合物^[15]。

由表 2 可知, r 值结果显示, 湿热处理温度(A)对复合物复合率的影响最大, 反复湿热处理次数(C)、湿热处理周期(D)次之, 连续湿热处理时间(B)对复合率的影响最小。比较各因素的 K 值, 得出组合 $A_3B_1C_2D_2$ 的淀粉-卵磷脂复合物的复合率最大, 即最佳复合条件为湿热处理温度为 $140\ ^\circ\text{C}$ 、连续湿热处理时间为 4 h、反复连续湿热处理次数为 6 次, 湿热处理周期为 2 个周期。在该条件下进行验证试验, 做 3 次重复试验, 最终复合率为 59.05%。

2.4 晶体结构

如图 3 所示, 高直链玉米淀粉和复合物均表现为 B+V 型晶体结构: 高直链玉米淀粉在 17° , 20° , 22° , 24° 附近均有衍射峰, 其中 22° 和 24° 附近衍射峰强度较弱。复合物在 15° , 17° , 20° , 22° , 24° 附近均出现较强的衍射峰, 也呈现 B+V 型晶体结构, 这一结果与前人^[16-17]报道的淀粉-脂质复合物的晶型一致。经过交替湿热处理后, 复合物在 22° 和 24° 附近的峰强度明显增强, 猜测是大豆卵磷脂在复合物中的聚集造成的。另外, 也有研究者发现普通玉米淀粉与月桂酸复合时, 21.5° 和 23.9° 附近出现较强的衍射峰, 归因于游离月桂酸聚集结晶造成峰强度的增大^[18]。

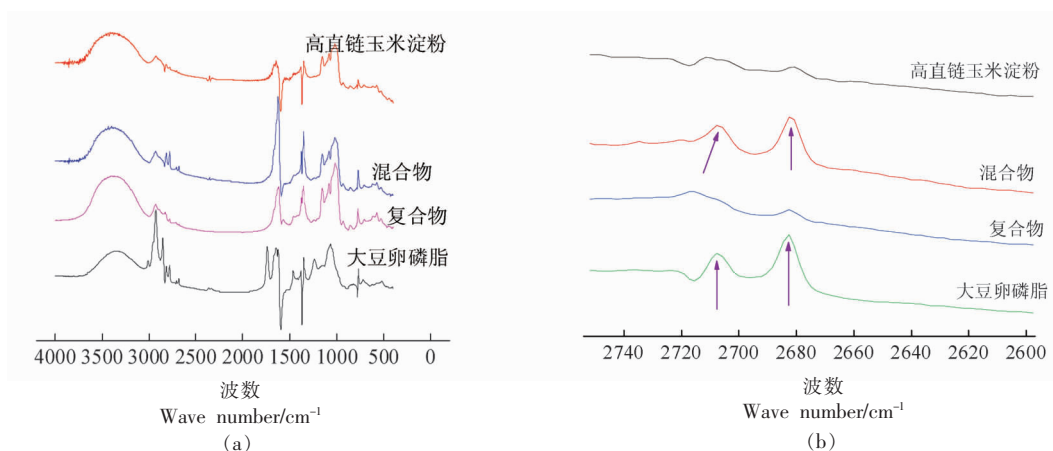


图 2 样品的红外光谱图(a)和红外光谱局部放大图(b)

Fig.2 Infrared spectrogram (a) and partial magnified infrared spectrogram (b) of samples

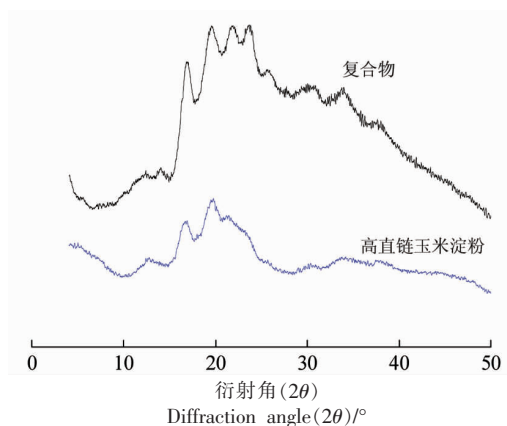


图 3 样品的 X-射线衍射图谱

Fig.3 X-ray diffraction patterns of samples

值得注意的是,衍射角为 20° 的峰为直链淀粉-脂肪复合物的特征峰^[19]。高直链玉米淀粉-大豆卵磷脂复合物在 20° 处的峰比高直链玉米淀粉强度大,说明大豆卵磷脂这种脂质成功进入直链淀粉的疏水空腔。Alvarez-Ramirez 等^[20]认为,烹饪

过程加速直链淀粉与脂类物质的结合,也是通过脂类物质的碳氢化合物进入直链淀粉的螺旋腔形成包合物。峰强度的改变进一步说明了结晶度的变化,结晶度的变化受淀粉直/支比影响,并且淀粉颗粒的大小、粒径分布、短程有序结构以及分子内 C-6 位羟基形成的氢键含量也会影响复合物的结晶度^[21-23]。这也意味着反复/连续交替湿热处理技术成功把卵磷脂包埋进高直链玉米淀粉中。

2.5 冻融稳定性分析

淀粉糊的冻融稳定性用析水率表示,一般析水率越低,稳定性则越好^[24]。由表 3 可知,随着冻融次数的增加,高直链玉米淀粉、混合物和复合物的析水率均增加,而复合物的析水率增加程度远小于其它两者,表明了交替湿热处理形成的复合物结构稳定,才导致离心过程中水分析出较少,这与 Li 等^[25]研究的山药淀粉-棕榈酸复合物的冻融稳定性结果一致。另外,析水率的变化也会受淀粉中直/支链分布和脂肪酸种类的影响^[26]。

表 3 样品的析水率和预测血糖指数值

Table 3 The syneresis rate and predictive glycemic index (preGI) of samples

性质		高直链玉米淀粉	混合物	复合物
析水率/%	冻融 1 次	35.42 ± 0.44^a	33.38 ± 0.28^b	33.27 ± 0.19^b
	冻融 2 次	50.63 ± 0.36^a	48.38 ± 0.06^b	40.08 ± 0.28^c
	冻融 3 次	58.56 ± 0.45^a	55.49 ± 0.18^b	42.35 ± 0.53^c
	冻融 4 次	65.81 ± 0.47^a	63.22 ± 0.72^b	46.38 ± 0.17^c
preGI		47.34 ± 0.21^a	46.30 ± 0.23^b	35.65 ± 0.39^c

注:试验数据以平均值±标准差表示,同一行中不同的字母表示差异达显著水平($P < 0.05$)。

在同一冻融次数下,混合物的析水率介于高直链玉米淀粉和复合物之间,这表明大豆卵磷脂作为一种脂质,在冻融状态下能够抑制水分的析出。复合物的析水率最低,猜测是在交替湿热处理下,淀粉与卵磷脂复合形成的V-型复合物结构(衍射角为 20° 时强度明显增加),形成疏水层,导致外面的水分不易进入,里面的水分不易流出^[27],也间接印证了交替湿热处理确实促进淀粉和脂质的复合,导致淀粉结构稳定和紧凑,可将该复合物应用于速冻食品中,大大减少冻融后的水分散失,提升产品品质。

2.6 预测血糖指数(perGI)

建立体外消化模式来预测食品的GI值,称为预测血糖指数值。由表3可知,交替湿热处理下,复合物的perGI仅为35.65,相比原淀粉,preGI降低了24.69%,说明高直链玉米淀粉与大豆卵磷脂发生反应,主要依靠直链淀粉与脂肪的相互作用。高直链玉米淀粉中的直链淀粉含量越高,可供结合的氢键数量越多,形成的复合物也越多,最终形成了更紧凑致密的V-型晶体结构,淀粉颗粒的膨胀受到抑制,阻碍了淀粉酶对淀粉的酶解^[28-31],造成preGI降低。同时,湿热处理会加速支链淀粉双螺旋胶束的形成,且温度的升高会促进不溶性直链淀粉与脂肪酸的结合,增加低消化率和抗性淀粉含量^[32]。原淀粉的抗性淀粉含量低于淀粉-脂质复合物,从而复合物的形成增加了抗消化性^[33-34]。淀粉-脂质复合物作为一类抗性淀粉RS5广受人们欢迎,其作为一种功能性成分应用到食品中,具有调节餐后血糖反应的功效,对一些慢性病如糖尿病、肥胖症、高血压等有一定的预防作用。

3 结论

本研究利用反复/连续交替湿热技术将高直链玉米淀粉和大豆卵磷脂进行复合,通过处理技术的优化得到了高复合率的复合物。傅里叶红外分析进一步证实了大豆卵磷脂被包埋进高直链玉米淀粉中,复合物和原淀粉的晶型虽然保持不变,但在衍射角 20° 峰强度明显增大。随着冻融循环次数的增加,高直链玉米淀粉的析水率增长较快,复合物的析水率增长较为平缓。复合物的预测血糖指数明显低于原淀粉。我国的传统主食以面条、馒头、大米等淀粉基面制品为主,居民的营养健康与传统饮食直接相关,而复合物作为淀粉的改性替代物应用到食品中能更好地扬长避短,然而复合物存在复合率低、制备复杂、易产生污染物等问题,因此,本研究利用绿色环保的物理改性方式优化复合物,得到高复合率复合物,添加到淀粉基食品中,不仅可以改善基础问题如水分散失、香味不明显等,更重要的是能显著提高产品效能,同时还具有降血糖的功能,可以满足特定人群的需求,有利于推动食品工业的健康发展。

参 考 文 献

- [1] 陈雪华. 淀粉-脂质复合物的制备及其应用[D]. 南宁: 广西大学, 2022.
CHEN X H. Production and application of starch-lipid complex[D]. Nanning: Guangxi University, 2022.
- [2] PATTEN G S, KERR C A, DUNNE R A, et al. Resistant starch alters colonic contractility and expression of related genes in rats fed a western diet [J]. Digestive Diseases and Sciences, 2015, 60(6): 1624-1632.
- [3] DE PILLI T, DEROSI A, TALJA R A, et al. Starch-lipid complex formation during extrusion-cooking of model system (rice starch and oleic acid) and real food (rice starch and pistachio nut flour) [J]. European Food Research and Technology, 2012, 234(3): 517-525.
- [4] FELKER F C, SINGH M, FANTA G F. Effect of gluten on soybean oil droplets in jet-cooked starch-oil composites [J]. Journal of Food Processing and Preservation, 2012, 37(2): 152-162.
- [5] HUANG J, SHANG Z Q, MAN J M, et al. Comparison of molecular structures and functional properties of high-amylose starches from rice transgenic line and commercial maize [J]. Food Hydrocolloids, 2015, 46: 172-179.
- [6] GELDERS G G, GOESAERT H, DELCOUR J A. Potato phosphorylase catalyzed synthesis of amylose-lipid complexes [J]. Biomacromolecules, 2005, 6(5): 2622-2629.
- [7] MILANI A, AIMAAN FADEL N, BRAMBILLA L, et al. Hydrogen bonding in amylose/DMSO complexes studied by vibrational spectroscopy and density

- functional theory calculations[J]. Journal of Raman Spectroscopy, 2009, 40(9): 1110-1116.
- [8] LE-BAIL P, HOUINSOU-HOUSSOUB B, KOSTA M, et al. Molecular encapsulation of linoleic and linolenic acids by amylose using hydrothermal and high-pressure treatments[J]. Food Research International, 2015, 67(1): 223-229.
- [9] GONG B, XU M J, LI B, et al. Repeated heat-moisture treatment exhibits superiorities in modification of structural, physicochemical and digestibility properties of red adzuki bean starch compared to continuous heat-moisture way[J]. Food Research International, 2017, 102: 776-784.
- [10] ZOU J, XU M J, TIAN J, et al. Impact of continuous and repeated dry heating treatments on the physicochemical and structural properties of waxy corn starch [J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2019, 135: 379-385.
- [11] XU M J, SALEH A S M, GONG B, et al. The effect of repeated versus continuous annealing on structural, physicochemical, and digestive properties of potato starch [J]. Food Research International, 2018, 111: 324-333.
- [12] ZOU J, XU M J, WEN L R, et al. Structure and physicochemical properties of native starch and resistant starch in Chinese yam (*Dioscorea opposita* Thunb.) [J]. Carbohydrate Polymers, 2020, 237: 116188.
- [13] ADEBOOYE O C, SINGH V. Physicochemical properties of the flours and starches of two cowpea varieties (*Vigna unguiculata* (L.) Walp)[J]. Innovative Food Science & Emerging Technologies, 2008, 9(1): 92-100.
- [14] KAWAI S, KOBAYASHI I, GOTO M. Oil-or fat-processed starch and method for producing same: US9737086B2[P]. 2017-08-22.
- [15] EXARHOPOULOS S, RAPHAELIDES S N. Morphological and structural studies of thermally treated starch-fatty acid systems[J]. Journal of Cereal Science, 2012, 55(2): 139-152.
- [16] 黄承刚, 李津源, 徐任园, 等. 直链淀粉含量对淀粉-脂肪酸复合物形成及理化特性的影响[J]. 食品工业科技, 2022, 43(13): 49-55.
- HUANG C G, LI J Y, XU R Y, et al. Effect of amylose content on the formation and physicochemical properties of starch-fatty acid complex[J]. Science and Technology of Food Industry, 2022, 43(13): 49-55.
- [17] 梁勇, 张本山, 高大雄, 等. 淀粉的结晶性与非结晶性研究进展[J]. 化学通报(网络版), 2002, 65(2): W009.
- LIANG Y, ZHANG B S, GAO D X, et al. Progress in crystallization and amorphous properties of starch[J]. Chemistry (Online), 2002, 65(2): W009.
- [18] 常丰丹. 颗粒态淀粉脂质复合物的制备、理化性质及其形成机理研究[D]. 广州: 华南理工大学, 2015.
- CHANG F D. Preparation, properties, and mechanism of granular starch-lipid complex[D]. Guangzhou: South China University of Technology, 2015.
- [19] ZOU J, XU M J, ZOU Y F, et al. Physicochemical properties and microstructure of Chinese yam (*Dioscorea opposita* Thunb.) flour[J]. Food Hydrocolloids, 2020, 113: 106448.
- [20] ALVAREZ-RAMIREZ J, VERNON-CARTER E J, CARRILLONAVAS H, et al. Effects of cooking temperature and time on the color, morphology, crystallinity, thermal properties, starch-lipid complexes formation and rheological properties of roux[J]. LWT, 2018, 91: 203-212.
- [21] LI W H, WU G L, LUO Q G, et al. Effects of removal of surface proteins on physicochemical and structural properties of A- and B-starch isolated from normal and waxy wheat [J]. LWT, 2016, 53(6): 2673-2685.
- [22] KIM H S, HUBER K C. Physicochemical properties and amylopectin fine structures of A- and B-type granules of waxy and normal soft wheat starch [J]. Journal of Cereal Science, 2010, 51(3): 256-264.
- [23] ZHANG B J, LI X X, LIU J, et al. Supramolecular structure of A- and B-type granules of wheat starch [J]. Food Hydrocolloids, 2013, 31(1): 68-73.
- [24] ZHOU Z K, ROBARDS K, HELLIWELL S, et al. Effect of the addition of fatty acids on rice starch properties [J]. Food Research International, 2007, 40(2): 209-214.
- [25] LI X, GAO X X, LU J, et al. Complex formation, physicochemical properties of different concentration of palmitic acid yam (*Dioscorea opposita* Thunb.) starch preparation mixtures [J]. LWT, 2019, 101: 130-137.
- [26] SINGH N, SINGH S, ISONO N, et al. Diversity in amylopectin structure, thermal and pasting properties

- of starches from wheat varieties/lines[J]. *International Journal of Biological Macromolecules*, 2009, 45(3): 298–304.
- [27] CHANG F D, HE X W, HUANG Q. The physicochemical properties of swelled maize starch granules complexed with lauric acid[J]. *Food Hydrocolloids*, 2013, 32(2): 365–372.
- [28] CUI R, OATES C G. The effect of amylose–lipid complex formation on enzyme susceptibility of sago starch[J]. *Food Chemistry*, 1999, 65(4): 417–425.
- [29] AI Y F, HASJIM J, JANE J. Effects of lipids on enzymatic hydrolysis and physical properties of starch [J]. *Carbohydrate Polymers*, 2013, 92 (1): 120–127.
- [30] LIU P F, KANG X M, CUI B, et al. Effects of amylose content and enzymatic debranching on the properties of maize starch–glycerol monolaurate complexes[J]. *Carbohydrate Polymers*, 2019, 222: 115000.
- [31] 王睿. 马铃薯淀粉–脂质复合物的构建及其耐酶解机理研究[D]. 济南: 齐鲁工业大学, 2019.
- WANG R. Construction of potato starch–lipid complex and its mechanism of enzymatic hydrolysis[D]. Jinan: Qilu University of Technology, 2019.
- [32] 赵小云, 黄琪琳, 张宾佳, 等. 淀粉–脂质/脂肪酸复合物研究进展[J]. *食品科学*, 2020, 41(15): 338–347.
- ZHAO X Y, HUANG Q L, ZHANG B J, et al. Recent progress in research on starch–lipid/fatty acid complexes[J]. *Food Science*, 2020, 41(15): 338–347.
- [33] 郭宏伟, 许秀颖, 赵城彬, 等. 淀粉–脂质复合物的研究进展[J]. *食品工业*, 2018, 39(6): 237–240.
- GUO H W, XU X Y, ZHAO C B, et al. Research progress of starch–lipid complexes[J]. *Food Industry*, 2018, 39(6): 237–240.
- [34] OKUMUS B N, TACER –CABA Z, KAHRAMAN K, et al. Resistant starch type V formation in brown lentil (*Lens culinaris* Medikus) starch with different lipids/fatty acids [J]. *Food Chemistry*, 2018, 240: 550–558.

Analysis of Preparation of Starch–lipid Complex by Repeated/Continuous Heat–moisture and Its Properties

Feng Yongting¹, Xu Meijuan², Zhao Xiaodong¹, Yang Peiyu¹, Zou Jian^{1,2*}, Zhou Bin¹

(¹College of Bioengineering and Food Science, Hubei University of Technology, Wuhan 430000

²College of Food and Bioengineering, Henan University of Animal Husbandry and Economics, Zhengzhou 450000)

Abstract The preparation methods of starch–lipid complex have some imperfections such as low preparation rate, complicated process and industrial waste liquid pollutants. In this study, high amylose corn starch–soybean lecithin complex with higher recombination rate was prepared by repeated/continuous alternating heat–moisture technique, and the structure, physicochemical properties and predictive glycemic index of the optimized complex were investigated. The results showed that the optimum recombination condition was performed by single factor and orthogonal experiment to obtain the highest recombination rate, namely, the heat–moisture treatment temperature was 140 °C, the continuous heat–moisture treatment time was 4 h, repeated heat–moisture treatment number was 6 times, and alternating cycle was 2 periods. The recombination rate at above conditions was as high as 59.05%. Fourier infrared spectroscopy found that two similar intensity absorption peaks of soybean lecithin at 2 710 cm⁻¹ and 2 680 cm⁻¹ did not appear in the compound, demonstrating that the modification technology could compound soybean lecithin in the spiral cavity of starch. X–ray diffraction pattern observed that the peak intensity at the diffraction angle 20° of the complex increased significantly. In addition, the freeze–thaw stability of the complex was significantly improved, and the predictive glycemic index was obviously reduced. Therefore, repeated/continuous alternating heat–moisture technology as a green, safe, and easy–operating physical measure was an effective means to improve the recombination rate of starch–lecithin complex, and significantly reduced the preGI of starch. This provides new ideas for the development of starch composites.

Keywords high amylose corn starch; lecithin; complex; heat–moisture treatment; predictive glycemic index