

3 种物理方法制备抗性粳米淀粉的结构与物化特性

张楚佳¹, 贾健辉^{1,2}, 高嫚¹, 王泽冉¹, 刘颖¹, 窦博鑫^{1*}, 张娜¹

¹ 哈尔滨商业大学食品工程学院 哈尔滨 150028

² 牡丹江师范学院生命科学与技术学院 黑龙江牡丹江 157011

摘要 对比不同物理法制备的抗性粳米淀粉结构的性质,为其工业化生产提供理论基础。以粳米淀粉为原料,分别采用湿热法、压热法和超声法制备抗性粳米淀粉(分别记为 HMT-JS、PT-JS、UT-JS),通过单因素实验确定最佳制备条件,并研究该条件下抗性粳米淀粉的结构与性质。结果表明,不同物理法制备抗性粳米淀粉的最佳条件为:HMT-JS:水分含量 20%,湿热时间 6 h,湿热温度 110 °C,抗性淀粉含量为 24.31%;PT-JS:淀粉乳质量分数 30%,压热时间 30 min,压热温度 110 °C,抗性淀粉含量为 16.68%;UT-JS:淀粉乳质量分数 30%,超声时间 20 min,超声温度 30 °C,抗性淀粉含量为 15.02%。与粳米淀粉相比,3 种抗性淀粉的溶解度、膨润力均降低,热稳定性均显著提高,且不易回生,冻融稳定性也有不同程度的变化。流变学特性表明,粳米淀粉及 3 种抗性淀粉均为弱凝胶体系,且呈假塑性流体;3 种抗性淀粉颗粒表面变粗糙并发生黏连,相对结晶度和短程有序性有所增加。体外消化试验结果表明:在同一水解时间内,3 种抗性淀粉的水解速率均小于粳米淀粉,其中 HMT-JS 的血糖生成指数最低为 74.45%。研究结果为粳米淀粉深加工产品的开发提供参考依据。

关键词 粳米淀粉; 抗性淀粉; 物理法; 结构性质

文章编号 1009-7848(2025)01-0193-15 **DOI:** 10.16429/j.1009-7848.2025.01.019

抗性淀粉(Resistant starch,RS)又称为抗酶解淀粉或难消化淀粉,是指在人体小肠中可以抵抗抗酶的催化作用而难以被消化,然而在大肠中可与脂肪酸一起被微生物发酵利用的淀粉^[1]。RS 具有降低血糖指数,预防肠道疾病,降低胆固醇等功能^[2]。粳米主要分布于我国的东北地区,具有品质优良、粒匀、味香、口感好等优点^[3]。淀粉作为粳米的主要组成成分,主要存在于粳米的胚乳中,占其干物质的 80%以上^[4]。粳米淀粉具有颗粒小、组织细腻等特点^[5],是制备抗性淀粉的优质原料。

制备抗性淀粉的方法主要有物理法^[6]、化学法^[7]和酶法^[8]等。化学法和酶法是通过引入化学试剂和酶改变淀粉的结构影响其性质,因存在污染环境、成本高、条件繁琐,而限制其广泛应用。物理法制备抗性淀粉具有工艺简单、无污染、安全性高

等优点,可明显改善淀粉的理化性质,并且能有效提高淀粉的抗性,具有很大的开发潜力,此制备方法可广泛应用于工业化生产^[9]。本试验选用的超声法、湿热法和压热法是制备抗性淀粉常用的物理法,其中湿热处理是指在水分含量较低,高于玻璃质转化温度,而低于糊化温度条件下,制备抗性淀粉的一种方式,具有绿色环保、安全等优点。压热处理是指淀粉经高温、高压处理后,发生完全糊化,再经过回生,形成有序的结晶结构,在制备抗性淀粉的过程中,无污染且操作简单。超声法则是利用机械力学效应和空穴效应,淀粉内部的糖苷键发生断裂,进而将淀粉长链分成短直链淀粉分子,有利于抗性淀粉的形成,具有耗时短,可连续操作等优点。

本文用湿热、压热、超声 3 种物理方法制备抗性粳米淀粉,以 RS 含量为指标,确定最佳工艺条件。采用动态流变、静态流变、傅里叶红外光谱和 X-射线衍射等方法对抗性淀粉的性质与结构进行对比分析。本研究为抗性粳米淀粉工业化生产及功能性淀粉食品开发提供了理论基础,同时为粳米深加工的创新发展提供了新思路。

收稿日期: 2024-01-13

基金项目: 黑龙江省“百千万”工程科技重大专项(2021ZX12B07);国家自然科学基金面上项目(32072258);国家重点研发计划项目(2021YFD 2100902-3);黑龙江省经济社会发展重点研究课题(基地专项)(22329)

第一作者: 张楚佳,女,硕士

通信作者: 窦博鑫 E-mail: 394831971@qq.com

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

粳米;稻花香,黑龙江省五常金禾米业有限责任公司;氢氧化钠、无水乙醇、冰乙酸均为分析纯级,天津市光复科技发展有限公司;猪胰 α -淀粉酶(≥ 5 U/mg)、淀粉葡萄糖苷酶(黑曲霉,70 U/mg),美国Sigma公司;葡萄糖测定试剂盒,爱尔兰Megazyme公司。

1.2 仪器与设备

TG16型高速离心机,上海卢湘仪离心机仪器有限公司;101-0AB型电热鼓风干燥箱、122型可见分光光度计,天津市泰斯特分析仪器有限公司;DK-410HT型超声波清洗器,昆山市超声仪器有限公司;SHA-B型水浴恒温振荡器,常州市国立试验设备研究所;Rapid-20型快速黏度分析仪,瑞典Perten公司;H-PID200型流变仪,美国TA仪器公司;Spectrum 100型傅里叶变换红外光谱仪,美国PE公司;SIGMA-500型蔡司场发射扫描电镜,苏州沃弗本精密仪器有限公司;Rint-2000型X-射线衍射仪,日本理学公司。

1.3 方法

1.3.1 粳米淀粉的提取 参考盛志佳^[10]的方法并稍作修改。

1.3.2 物理法制备抗性粳米淀粉

1.3.2.1 湿热法制备抗性粳米淀粉 称取一定量粳米淀粉,调节其水分含量,于4℃环境下24 h平衡水分,取出后放至常温,放入烘箱内进行湿热密闭处理。冷却到室温后,4℃重结晶24 h,结束后于45℃烘箱内干燥,将样品进行粉碎,过100目筛,密封保存。为确定各因素的最佳条件,根据表1进行单因素实验。

以水分含量为因素时,固定湿热温度为110℃,湿热时间为6 h;以湿热温度为因素时,固定水分含量为20%,湿热时间为6 h;以湿热时间为因素时,固定水分含量为20%,湿热温度为110℃。

1.3.2.2 压热法制备抗性粳米淀粉 称取一定量粳米淀粉,与蒸馏水混合制成淀粉乳放入耐压瓶中,在烘箱内进行压热处理,冷却到室温后,4℃重结晶24 h,结束后45℃烘箱内干燥,将样品粉碎,过100目筛,密封保存。为确定各因素的最佳条件,根据表2进行单因素实验。

以淀粉乳质量分数为因素时,固定压热温度为120℃,压热时间为30 min;以压热温度为因素时,固定淀粉乳质量分数为30%,压热时间为30 min;以压热时间为因素时,固定淀粉乳质量分数为30%,压热温度为120℃。

1.3.2.3 超声法制备抗性粳米淀粉 称取一定量粳米淀粉,加入一定量的蒸馏水制成淀粉乳,于200 W超声仪中进行超声处理,冷却到室温后,4℃重结晶24 h,结束后45℃烘箱内干燥,将样品粉碎,过100目筛,密封保存。为确定各因素的最佳条件,根据表3进行单因素实验。

表1 湿热法制备抗性粳米淀粉单因素水平

Table 1 Levels of each single factor for the preparation of resistant japonica rice starch by heat moisture

因素	水平				
水分含量/%	10	15	20	25	30
湿热温度/℃	90	100	110	120	130
湿热时间/h	3	4	5	6	7

表2 压热法制备抗性粳米淀粉单因素水平

Table 2 Levels of each single factor for the preparation of resistant japonica rice starch by heat pressure

因素	水平				
淀粉乳质量分数/%	20	25	30	35	40
压热温度/℃	100	110	120	130	140
压热时间/min	10	20	30	40	50

表3 超声法制备抗性粳米淀粉单因素水平

Table 3 Levels of each single factor for the preparation of resistant japonica rice starch by ultrasonication

因素	水平				
淀粉乳质量分数/%	10	20	30	40	50
超声温度/℃	10	20	30	40	50
超声时间/min	10	20	30	40	50

以淀粉乳质量分数为因素时,固定超声温度为30℃,超声时间为30 min;以超声温度为因素时,固定淀粉乳质量分数为30%,超声时间为30 min;以超声时间为因素时,固定淀粉乳质量分数为30%,超声温度为30℃。

1.3.3 抗性淀粉含量的测定 参考高嫚等^[11]的方

法并稍作修改。

1.3.4 糊化特性测定 采用快速黏度分析仪 (Rapid visco analyser, RVA) 进行糊化特性的测定。采用 TCW 配套软件分析。

1.3.5 流变学特性测定

1) 动态流变学 取 1.3.4 节制备的淀粉糊, 置于流变仪测试样品台上, 使用直径为 50 mm 的平板, 设置间隙为 1 mm, 于 25 °C 恒定温度下进行动态流变学性质的测定。在 0.1~20.0 Hz 的频率范围内以恒定应变 (1%) 进行动态振荡流变特性测定, 记录数据。

2) 静态流变学 完成动态流变性质测定后, 使用直径为 50 mm 的平板, 设置间隙为 1 mm, 于 25 °C 恒定温度下进行静态流变学性质的测定。设置剪切速率从 0.1 s⁻¹ 增加至 300.0 s⁻¹, 测定剪切应力 (σ) 随剪切速率 (γ) 的变化关系。用 Herschel-Bulkley 方程对数据进行拟合, 方程如公式 (1) 所示:

$$\tau = \tau_0 + K \times \gamma^n \quad (1)$$

式中: τ 为剪切应力, Pa; τ_0 为屈服应力, Pa; K 为稠度系数, Pa·sⁿ; γ 为剪切速率, s⁻¹; n 为流体指数。

1.3.6 溶解度和膨润力的测定 溶解度和膨润力的测定参照卢紫君等^[12]的方法, 并稍作修改。

1.3.7 冻融稳定性的测定 冻融稳定性的测定参照张超等^[13]的测定方法, 并稍作修改。

1.3.8 颗粒形貌观察 使用扫描电子显微镜对抗性粳米淀粉的颗粒形貌进行观察。将导电双面胶粘于扫描镜铝制载物台上, 粘取少量干燥后的淀粉颗粒附在双面胶上, 进行喷金处理, 电压为 15 kV, 放大倍数为 3 000 倍, 用扫描电镜进行观察、拍照。

1.3.9 傅里叶红外光谱测定 使用傅里叶红外光谱仪 (Fourier transform-infrared spectrometer, FTIR) 测定抗性粳米淀粉的短程有序结构。将干燥后的样品和溴化钾以质量比 1:50 混合研磨, 压片后进行傅里叶变换红外光谱测定。扫描范围为 4 000~400 cm⁻¹, 分辨率为 4 cm⁻¹。

1.3.10 X-射线衍射测定 将粳米淀粉和抗性粳米淀粉进行研磨, 过 200 目筛, 用 X-射线衍射仪进行测定。设定参数: 测定电压为 40 kV, 电流为

40 mA, 衍射角 (2θ) 为 5°~40°, 扫描速度为 5°/min, 步长为 0.02°。

1.3.11 血糖生成指数测定 淀粉水解率的测定参考高嫚等^[11]的方法并稍作修改。分别在 0, 20, 40, 60, 90, 120, 180, 270 min 时取出反应液, 用葡萄糖测定试剂盒测定其葡萄糖含量。以淀粉水解率为纵坐标, 时间为横坐标绘制水解曲线。

基于 Yu 等^[14]的方法, 对其结果进行一级动力学拟合, 其方程为:

$$C_t = C_\infty (1 - e^{-kt}) \quad (2)$$

计算 C_∞ 和 k , 利用一级反应方程计算水解曲线下的面积:

$$AUC = C_\infty (t_f - t_0) - \frac{C_\infty}{k} [1 - e^{-k(t_f - t_0)}] \quad (3)$$

式中: AUC (Area under curve) 为水解曲线下的面积, %/min; C_∞ 为平衡质量浓度 (t_{270}), mg/mL; t_f 为最终时间, 270 min; t_0 为初始时间, 0 min; k 为水解平衡常数。

以白面包为参照, 计算样品在 0~270 min 内淀粉水解曲线下的面积 (AUC_{样品} 和 AUC_{白面包}), 得出样品的淀粉水解指数 (Hydrolysis index, HI)。样品的估计血糖生成指数 (Estimate glycemic index, eGI) 按照公式 (4)、(5) 计算。

$$HI = \frac{AUC_{\text{样品}}}{AUC_{\text{白面包}}} \times 100 \quad (4)$$

$$eGI = 8.198 + 0.862 \times HI \quad (5)$$

1.4 数据统计与分析

所有试验均重复 3 次, 数据以“平均值±标准偏差”表示。使用 Origin 2021 绘图, 使用 SPSS 25 统计分析。

2 结果与分析

2.1 湿热法制备抗性粳米淀粉单因素结果分析

湿热处理是在低水分、高温条件下对淀粉进行改性^[15], 在破坏淀粉内部原有氢键结构的同时, 促进形成新的螺旋及致密的有序化结构, 从而降低淀粉酶的酶解程度, 提高抗性淀粉的含量^[16]。如图 1 所示, 随着湿热温度升高, RS 含量逐渐增加, 110 °C 时达到最大, 为 24.31%。继续升温后 RS 含量逐渐降低。温度升高能加速水分子从淀粉颗粒外部向内部迁移, 促进淀粉分子链的相互作用, 使

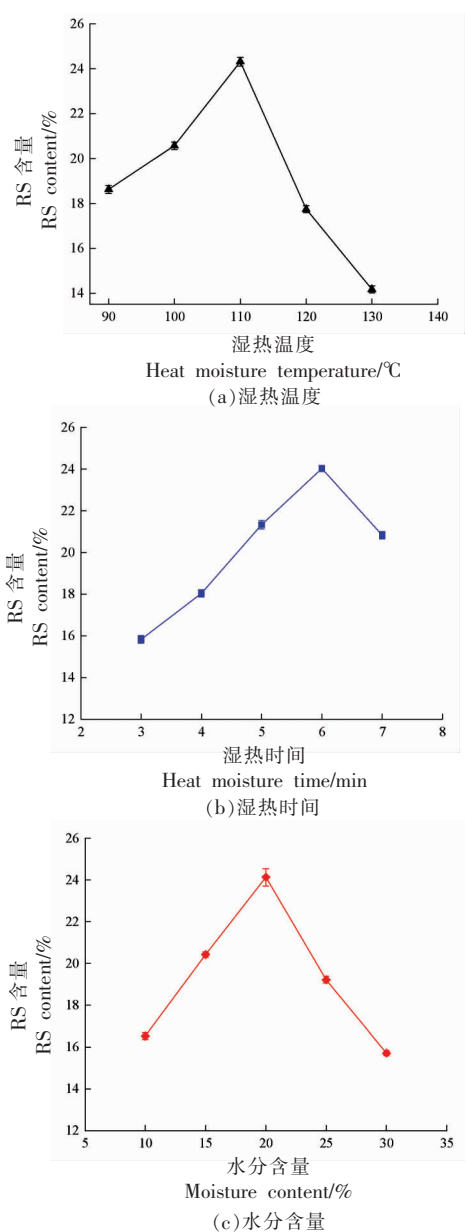


图1 湿热法制备抗性粳米淀粉单因素实验结果
Fig.1 Single-factor test results for the preparation of resistant japonica rice starch by heat moisture

得淀粉分子部分氢键断裂和双螺旋结构解体,同时游离的淀粉分子链形成新的氢键或螺旋结构,重新排列成更加稳定的结晶结构,难以被淀粉酶酶解^[17],故RS含量增加;而温度过高则导致淀粉分子链运动加剧,游离的淀粉分子增多,更易被淀粉酶消化,使得RS含量降低^[18]。

在3~7 h的湿热时间范围内,RS含量随湿热时间的增加呈先增加后减少的趋势,在6 h时达

到最大。这是由于当湿热时间过短时,淀粉分子链的重排程度不足,仍是无序状态,易被淀粉酶消化,随着湿热时间的延长,淀粉分子链趋于形成更稳定的结晶结构,其抗消化性增加,而将湿热时间延长至7 h后,抗消化性没有提高^[19]。

当水分含量在10%~20%时,RS含量随着水分含量的增加而逐渐增加,水分含量为20%时,RS含量达到最大,为24.03%。水分含量高于20%时,RS含量逐渐减小。在湿热过程中,适当的水分能够促进分子链的迁移,增加了无定形区内直链淀粉与支链淀粉间的交互作用,可形成更稳定的结构,从而有利于抗性淀粉的形成^[20]。当水分含量超过20%时,淀粉颗粒体积发生一定的膨胀,并且分子链断裂程度较大,使得淀粉酶更易对淀粉水解,故RS含量降低。

根据以上试验结果可以得出,湿热法制备抗性粳米淀粉的最优条件为:水分含量20%,湿热温度110℃,湿热时间6 h,在此条件下制备的抗性淀粉含量为24.31%。

2.2 压热法制备抗性粳米淀粉单因素结果分析

在制备抗性淀粉过程中,压热法是一种的常见方法,利用高温、高压使淀粉乳糊化,再经过4℃回生,形成有序晶体结构的抗性淀粉^[21]。由图2所示,随着压热温度的升高,RS含量也在逐渐升高,于110℃时RS含量达到峰值,为15.87%,之后RS含量降低。适当的压热温度有利于直链淀粉分子溶出,进一步聚合排列成致密的晶体结构,淀粉酶不易对淀粉水解,故RS含量增加。而当温度过高,直链淀粉过度分解,淀粉中聚合度过低的短直链分子难以参与重结晶,影响抗性粳米淀粉的形成^[22]。

在压热时间30 min时,RS含量达到最大,之后RS含量明显下降,这说明适当的压热时间有利于直链淀粉分子的结晶形成晶核,而压热时间过长可能会导致淀粉分子分解形成较多短链分子,这些短链分子运动剧烈且不易聚集^[23],不利于重结晶,影响RS含量。

过低或过高的淀粉乳质量分数都会影响RS含量,当淀粉乳质量分数为30%时,RS含量达到最大。淀粉乳质量分数较低时,淀粉分子之间离散程度较大,不容易缔合,在重结晶的过程中不利于

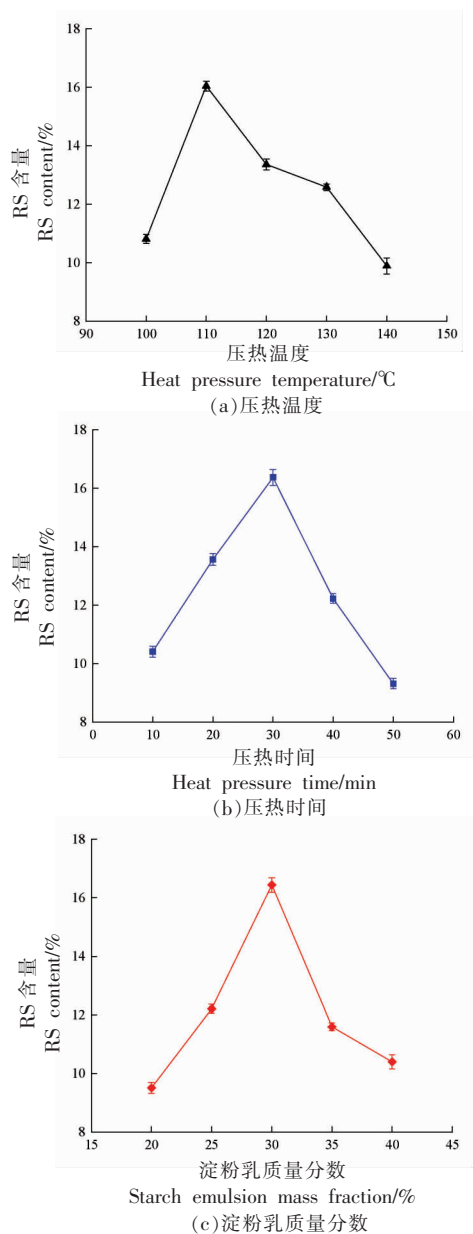


图 2 压热法制备抗性粳米淀粉单因素实验结果

Fig.2 Single-factor test results for the preparation of resistant japonica rice starch by heat pressure

抗性粳米淀粉的形成;淀粉乳质量分数较高时,水分较少,黏度增大,不利于淀粉充分糊化,也不利于分子的流动,加热糊化后的直链淀粉分子变得更为松散,分子间距进一步加大,使得淀粉在重结晶过程中不能有效的形成双螺旋结构^[24]。

根据以上试验结果可以得出,压热法制备抗性粳米淀粉的最优条件为:淀粉乳质量分数 30%,压热温度 110 °C,压热时间 30 min,在此条件下制

备的抗性淀粉含量为 16.68%。

2.3 超声法制备抗性粳米淀粉单因素结果分析

超声处理作为一种高效、环保的物理加工方法,在淀粉改性中很有前景。如图 3 所示,抗性粳米淀粉的含量先随着超声温度逐渐升高,30 °C 后 RS 含量不断减小。可能是超声温度进一步升高时,淀粉分子的原有结构被超声波进一步影响,影响淀粉回生时晶核的产生与结晶的增长速度,同样影响了 RS 含量^[25]。

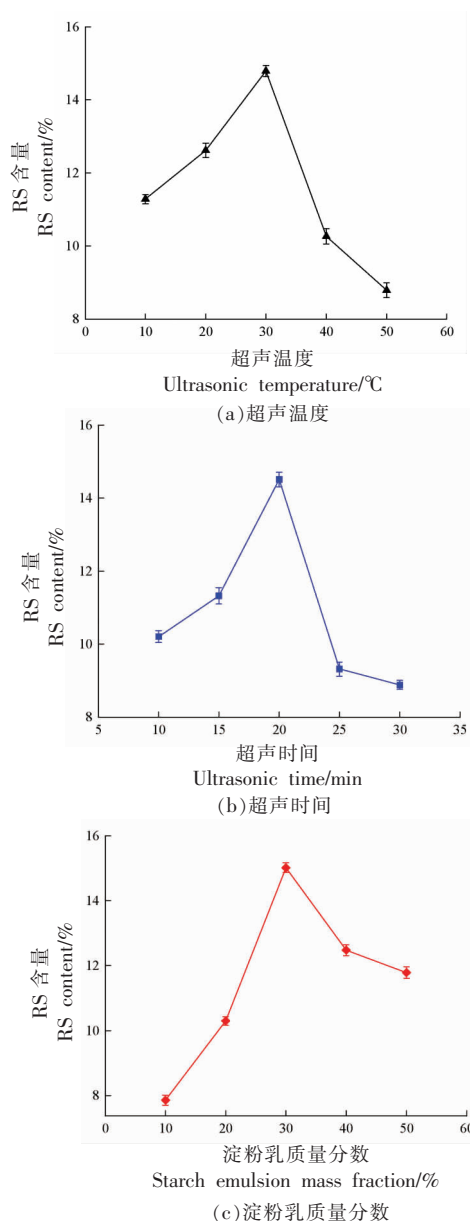


图 3 超声法制备抗性粳米淀粉单因素实验结果

Fig.3 Single-factor test results for the preparation of resistant japonica rice starch by ultrasonication

当超声时间在 10~20 min 时,RS 含量随着超声时间的延长而逐渐增加,20 min 时达到最大,为 14.68%,之后逐渐降低。超声时间逐渐延长,有利于超声波破坏淀粉分子结构,使直链淀粉分子含量增加,为后期淀粉重结晶时提供更多晶核;然而超声时间过长,会进一步破坏淀粉分子结构,产生大量短链淀粉分子,最终降解成小分子糊精,RS 含量降低^[26]。

RS 含量随淀粉乳质量分数的增加而增加,30%时 RS 含量最高,之后降低且趋于平稳。淀粉乳质量分数过低,超声波局部空化效应增强,淀粉分子形成小分子糊精,不利于抗性淀粉的形成;淀粉乳质量分数过高,淀粉则难以吸水膨胀,淀粉糊的黏度增加,超声波空化效应有所降低,淀粉分子被破坏,也不利于抗性淀粉的形成^[27]。

根据以上试验结果可以得出,超声法制备抗性粳米淀粉的最优条件为:在超声功率为 200 W 的条件下,淀粉乳质量分数 30%,超声温度 30 ℃,超声时间 20 min,在此条件下制备的抗性淀粉含量为 15.02%。

2.4 抗性粳米淀粉糊化特性分析

不同物理法制备的抗性粳米淀粉的糊化特性参数见表 4。淀粉糊化特性主要受淀粉颗粒大小、直链淀粉的质量分数以及淀粉晶体结构等因素影响^[28]。由表 4 可知,与粳米淀粉相比,3 种抗性粳米淀粉的峰值黏度、谷值黏度、最终黏度、衰减值以及回生值均显著降低,这是因为粳米淀粉经处理后,淀粉颗粒重新缔合形成更紧密的结构,其热稳定性增加,也不易回生。

在 3 种抗性粳米淀粉中,UT-JS 的峰值黏度、谷值黏度和最终黏度、衰减值以及回生值最大,表明 UT-JS 的热稳定性较差,可能是超声处理使得粳米淀粉分子发生部分断裂,断裂后的分子链的运动能力较弱,发生重排和聚集的可能性也较低,从而导致热稳定性降低^[29]。而 PT-JS 峰值黏度、谷值黏度和最终黏度、衰减值以及回生值最小,说明 PT-JS 的热稳定性、剪切稳定性较好且不易回生,是由于高温、高压环境下淀粉的无定形区受到影响,增加了直链淀粉的溶出程度,使溶出的直链淀粉和支链淀粉发生交互作用,链与链之间的缔合更加稳定,使得抗性粳米淀粉的热稳定性、剪切稳定性提高^[30]。

表 4 不同物理法制备的抗性粳米淀粉糊化特性

Table 4 Pasting characteristics of resistant japonica starch prepared by different physical methods

样品	峰值黏度/cP	谷值黏度/cP	衰减值/cP	最终黏度/cP	回生值/cP
JS	2 836.00 ± 9.31 ^a	1 203.67 ± 8.68 ^a	1 632.33 ± 6.28 ^a	2 774.33 ± 9.37 ^a	1 570.66 ± 8.36 ^a
HMT-JS	2 009.00 ± 8.07 ^c	1 102.00 ± 5.24 ^b	907.00 ± 5.69 ^c	2 282.67 ± 8.50 ^b	1 180.67 ± 7.15 ^b
PT-JS	583.00 ± 4.83 ^d	301.00 ± 3.60 ^e	282.00 ± 4.08 ^d	449.00 ± 3.73 ^e	148.00 ± 2.73 ^e
UT-JS	2 533.00 ± 8.52 ^b	1 116.67 ± 6.42 ^b	1 416.33 ± 6.03 ^b	2 268.67 ± 8.04 ^b	1 152.00 ± 3.45 ^b

注:JS:粳米淀粉;HMT-JS:湿热法抗性粳米淀粉;PT-JS:压热法抗性粳米淀粉;UT-JS:超声法抗性粳米淀粉。同列字母不同表示组间差异显著($P < 0.05$),下同。

2.5 流变特性分析

2.5.1 动态流变 动态流变学测定的是不同样品的黏弹性模量,从而判断该流体的黏弹特性。粳米淀粉及抗性粳米淀粉的动态流变主要通过储能模量(G')、损耗模量(G'')和损耗角正切值 $\tan\delta$ 进行表征。其中, G' 反映的是淀粉糊变形后恢复形状的能力,即淀粉糊的弹性性质; G'' 反映的是淀粉糊抵抗流动的能力,即淀粉糊的黏性性质^[31-32]。图 4a、4b、4c 分别为各淀粉的 G' 、 G'' 、 $\tan\delta$ 随频率变化曲线。由图 4a、4b 可知,在 0.1~20 Hz 范围内,所有样

品的 G' 均大于 G'' ,且之间没有交叉,表明粳米淀粉及 3 种抗性粳米淀粉均为典型的弱凝胶体系,淀粉在糊化和胶凝过程中弹性特征高于黏性特征,体系表现出类似于固体的特征。与粳米淀粉相比,3 种抗性粳米淀粉的 G' 和 G'' 均降低,这是由于粳米淀粉经不同物理法处理后,淀粉分子链降解,有序性降低,凝胶的黏弹性降低^[33]。 $\tan\delta$ 则是 G'' 与 G' 的比值, $\tan\delta$ 越大,体系的黏性占比越大,反之则弹性比较大。由图 4c 可知,所有样品在 0.1~20 Hz 的频率范围内的 $\tan\delta$ 均小于 1,表明样品具

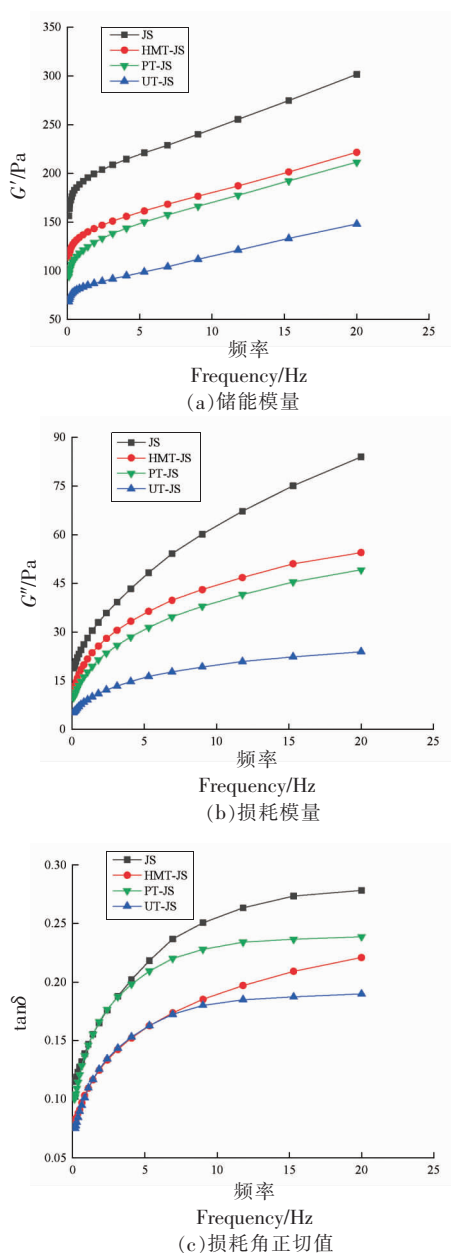


图 4 不同物理法制备的抗性粳米淀粉动态流变特性
 Fig.4 Dynamic rheological properties of resistant japonica starch prepared by different physical methods

有弱凝胶结构且以弹性为主。其中,PT-JS 的 $\tan\delta$ 明显低于 HMT-JS、UT-JS, 这说明 PT-JS 的淀粉糊中黏性的占比最小。

2.5.2 静态流变 静态流变学测定的是样品的流体性质,根据剪切速率和剪切应力的关系,将流体分为牛顿流体和非牛顿流体。由图 5 可知,随着剪切速率的增加,抗性粳米淀粉糊的剪切应力逐渐

增加,在低剪切速率时,剪切应力随着剪切速率的增加而增加,后增幅趋于平缓,说明抗性粳米淀粉糊呈假塑性流体的特征。并且对比发现,在相同的剪切速率下,3 种抗性粳米淀粉相比粳米淀粉剪切应力有所减小。

流变曲线经 Herschel-Bulkley 方程回归拟合数据后,得出屈服应力 τ_0 、稠度系数 K 、流体指数 n 和拟合系数 R^2 等参数,如表 5 所示。由表 5 可知,各样品的拟合系数均在 0.99 以上,表明方程能较好拟合样品的流变曲线。屈服应力(τ_0)表示流体开始流动所需的最小应力^[34], τ_0 越大,使淀粉糊发生流动所需的应力则越大,较难流动。与粳米淀粉的 τ_0 相比,3 种抗性粳米淀粉的 τ_0 均降低,表明淀粉凝胶发生流动时所需的应力较小,说明经过处理后降低了粳米淀粉的凝胶强度。稠度系数 K 与淀粉糊的黏稠程度有关, K 越大,淀粉糊越黏稠^[35]; n 表示为流体指数,表示样品偏离牛顿流体的程度,当 $n=1$ 时,表明为牛顿流体,当 $0 < n < 1$ 时,表明流体为剪切变稀的假塑性流体。由流动指数 n 值可知,各样品的 n 均小于 1,表明物理法处理没有改变流体的类型。与粳米淀粉相比,PT-JS 的 K 值降低了 16.09%,说明压热法的黏稠程度较低,流动性最好,该结果与糊化特性中黏度变化一致。

2.6 溶解度和膨润力分析

溶解度是指淀粉在一定温度下溶解的质量百分数,膨润力则是指在一定温度下水分子进入淀粉颗粒内部,淀粉分子发生水合作用形成共聚胶

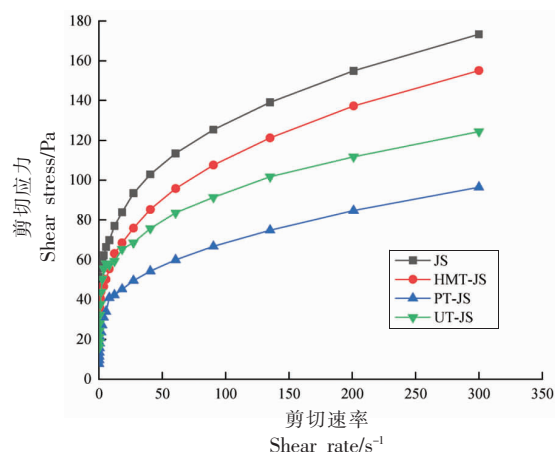


图 5 不同物理法制备的抗性粳米淀粉静态流变特性
 Fig.5 Rheological properties of resistant japonica starch prepared by different physical methods

表5 不同物理法制备的抗性粳米淀粉静态流变特性的 Herschel-Bulkley 模型拟合参数
Table 5 Fitting parameters of the Herschel-Bulkley model for the static rheological properties of resistant japonica starch prepared by different physical methods

样品	屈服应力 τ_0/Pa	稠度系数 $K/\text{Pa}\cdot\text{s}^n$	流体指数 n	拟合系数 R^2
JS	14.87 ± 1.42^a	31.70 ± 2.93^a	0.28 ± 0.01^a	0.9967
HMT-JS	11.01 ± 1.02^c	20.73 ± 2.56^b	0.31 ± 0.02^a	0.9954
PT-JS	4.19 ± 0.81^d	15.61 ± 1.81^c	0.28 ± 0.02^a	0.9948
UT-JS	13.59 ± 1.33^b	21.67 ± 2.59^b	0.34 ± 0.02^a	0.9944

状物,使淀粉分子膨胀,两者都反映了淀粉与水相互作用的能力^[36-37]。淀粉颗粒的结构、分子大小和组成以及支/直比影响了溶解度和膨润力的大小。不同物理法制备的抗性粳米淀粉的溶解度和膨润力结果如表6所示。

由表6可知,3种抗性粳米淀粉的溶解度和膨润力相比粳米淀粉有一定降低,其中在3种抗性粳米淀粉中HMT-JS的溶解度最低,膨润力最高,UT-JS的溶解度最高,膨润力最低。经不同物理法处理后,淀粉中的支链淀粉在不同环境作用下发生断裂,产生更多的直链淀粉,使淀粉内部重新排列,增加了直链淀粉与支链淀粉间的交互作用,双螺旋结构变得更紧密,淀粉的致密化程度提高,淀粉颗粒内部的分子不易溶出,故淀粉与水的结合能力有所降低^[38]。由此可以推断出超声法对淀粉颗粒的内部结构破坏更为明显,可产生更多的直链淀粉,使水分更容易与抗性粳米淀粉结合,而湿热法对淀粉颗粒结构的破坏相对较弱。

2.7 冻融稳定性分析

冻融稳定性的大小反映淀粉糊在经过冷冻解冻之后,是否能保持原有的稳定结构,与淀粉分子结构、支/直比有关^[39],其结果可通过析水率来表示,析水率越高,冻融稳定性越差^[40]。从表7可以得出,相较于JS来说,HMT-JS和PT-JS的冻融稳定性分别提高了2.27%,13.56%,而UT-JS的冻融稳定性却显著性降低。表明湿热和压热处理后的淀粉分子与水分子间的作用力有所改善,淀粉颗粒发生变化,分子间化学键能增大,冻融稳定性提高,此结果与尹乐斌等^[41]结果一致。而超声处理后分子间相互缔合作用增强,与水分子的结合能力有所降低,故析水率增大,冻融稳定性降低。

2.8 颗粒形貌分析

不同物理法制备出的抗性粳米淀粉的颗粒形

表6 不同物理法制备的抗性粳米淀粉的溶解度和膨润力

Table 6 Solubility and swelling power of resistant japonica starch prepared by different physical methods

样品	溶解度/%	膨润力/(g/g)
JS	13.63 ± 1.88^a	16.55 ± 1.15^a
HMT-JS	8.60 ± 0.85^c	14.90 ± 0.23^b
PT-JS	10.45 ± 1.77^b	13.06 ± 1.87^c
UT-JS	11.07 ± 1.54^b	12.67 ± 1.03^c

表7 不同物理法制备的抗性粳米淀粉的冻融稳定性
Table 7 Freeze-thaw stability of resistant japonica starch prepared by different physical methods

样品	析水率/%
JS	38.40 ± 2.26^b
HMT-JS	36.13 ± 2.08^b
PT-JS	24.84 ± 1.45^c
UT-JS	43.75 ± 3.85^a

貌如图6所示。由图6可知,粳米淀粉颗粒的平均粒径为4.8~6.7 μm ,结构均一旦致密,其颗粒大体呈平滑的多边形和球形^[42]。HMT-JS颗粒间发生黏连,表面变粗糙并且出现明显凹陷。PT-JS颗粒较大且呈不规则形状,表面粗糙程度也进一步增加,且有少量的凹陷,主要是由于淀粉在压热过程中部分发生糊化,淀粉颗粒吸水后相互黏连,在后续低温重结晶过程中,淀粉链重新排列形成新的结晶结构^[43]。而UT-JS颗粒相互黏结并且体积显著增大,颗粒表面凹凸不规则,这是因为淀粉颗粒在超声波的空化和机械作用下加速运动,晶体结构破裂并出现黏结现象^[44]。

2.9 短程有序结构分析

红外光谱是表征淀粉有序结构的分析方法之一,不同物理法制备的抗性粳米淀粉的红外光谱

图见图 7。由图可知,处理前、后的粳米淀粉特征基团吸收峰出现的位置几乎未发生改变,说明处理前、后粳米淀粉的有序结构没有发生明显变化。其中,3 200~3 600 cm^{-1} 处有一个较宽的吸收峰,对应分子内或分子间氢键的形成^[45]。2 840~3 000 cm^{-1} 处有一个较弱的峰,对应-C-H 的不对称伸缩振动峰^[46]。1 000~1 300 cm^{-1} 处出现的吸收带是淀粉中的典型特征带,不同物理法制备的抗性粳米淀粉的吸收峰强度不同,可能是由于淀粉结晶结构的有序排列变化引起的^[47]。

通过 OMNIC 软件对所得红外光谱图去卷积处理,得出各特征峰的吸收比值,结果如表 8 所示。在红外光谱中,淀粉有 2 个典型的振动吸收峰区域,对应的吸收峰分别为 1 022, 1 047 cm^{-1} ,其中 1 047 cm^{-1} 处的吸收峰表示淀粉结晶区的结构特征,1 022 cm^{-1} 处的吸收峰表示淀粉无定形区的结构特征^[48]。在淀粉研究中,常用 1 047/1 022 cm^{-1} 的强度比值反映淀粉颗粒内分子的有序度,比值越大说明有序度越高^[49]。3 种抗性粳米淀粉与粳米淀粉相比, $R_{1047/1022}$ 均有不同程度的增加,说明物理法处理会使粳米淀粉的短程有序性增加,可能是由于粳米淀粉经处理后,破坏了淀粉分子链间或内部的氢键,导致淀粉分子中双螺旋结构的不规则排列或解旋,经过重结晶后形成更稳定的晶体结构。其中 HMT-JS 的 $R_{1047/1022}$ 最大,表明 HMT-JS 的分子有序度高于其它两种抗性淀粉。推测该结果可能与 HMT-JS 的消化性有关。

2.10 长程有序结构分析

由图 8 可知,粳米淀粉在 $15^\circ, 17^\circ, 18^\circ, 23^\circ$ 处有高强度的衍射峰,其中在 15° 和 23° 表现为单峰衍射峰, 17° 和 18° 处为双峰衍射峰且衍射强度最强,呈 A 型结晶类型,其相对结晶度为 25.92%。可以看出,PT-JS 在 15° 和 18° 处的峰消失,而在 $14.5^\circ, 19.5^\circ, 20^\circ$ 处各出现 1 个衍射峰,由 A 型转化为 A+V 型,而 HMT-JS 和 UT-JS 的衍射特征峰位置均未发生明显改变,说明湿热处理和超声处理并未改变粳米淀粉的晶型,这与 Zhao 等^[50]、FloresSilva 等^[51]的结论相同。HMT-JS、PT-JS 和 UT-JS 的相对结晶度与粳米淀粉相比有所增加,其中湿热处理过程中热能和水分子的运动使淀粉颗粒中氢键断裂,淀粉分子链双螺旋结构、有序性排列

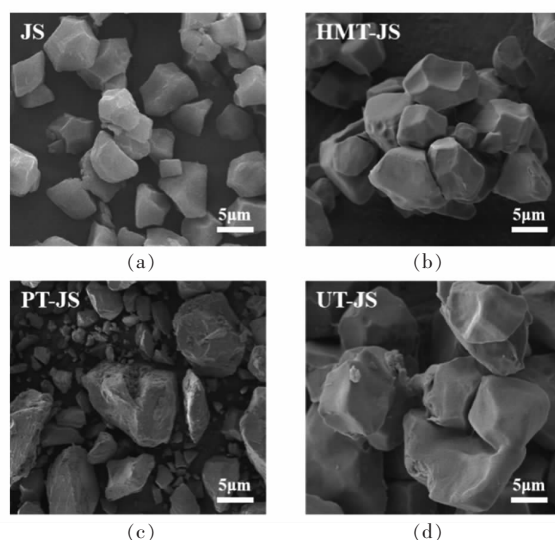


图 6 不同物理法制备的抗性粳米淀粉的扫描电镜图
Fig.6 Scanning electron micrographs of resistant japonica starch prepared by different physical methods

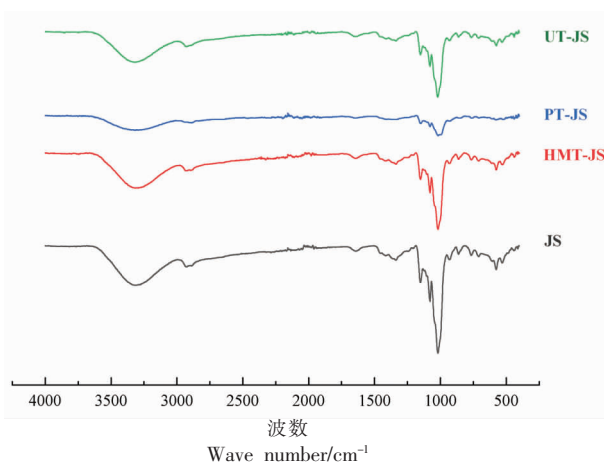


图 7 不同物理法制备的抗性粳米淀粉的红外光谱图
Fig.7 Infrared spectra of resistant japonica rice starch prepared by different physical methods

表 8 不同物理法制备的抗性粳米淀粉的特征峰吸收比值
Table 8 Characteristic peak absorption ratios of resistant japonica starch prepared by different physical methods

样品	$R_{1047/1022}/\text{cm}^{-1}$
JS	1.22 ± 0.01^c
HMT-JS	1.48 ± 0.03^a
PT-JS	1.32 ± 0.02^b
UT-JS	1.27 ± 0.02^{bc}

和致密性发生变化,导致双螺旋结构解旋,重结晶过程中形成新晶体,双螺旋结构排列更紧密,所以

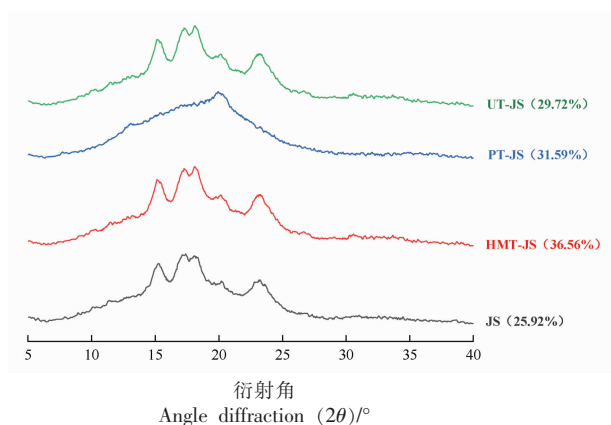


图8 不同物理法制备的抗性粳米淀粉的X射线衍射图
Fig.8 X-ray diffractograms of resistant japonica starch prepared by different physical methods

相对结晶度增加^[52];而超声处理的功率较小,对淀粉颗粒的无定形和结晶区的破坏程度较小,单位面积内的空化率较小,对淀粉颗粒的结晶区没有造成严重破坏,相对结晶度增加程度较小^[53]。该结果与短程有序性的变化一致,结合短程有序结果可知,湿热处理能够促进淀粉分子排列形成更有序的双螺旋结构。

2.11 体外消化特性分析

不同物理法制备的抗性粳米淀粉水解曲线如图9所示。各淀粉在270 min内水解率先大幅度上升,然后缓慢上升,并逐渐达到平衡。在相同水解时间内,水解率从大到小依次为:JS>UT-JS>PT-JS>HMT-JS,说明JS不耐消化,而HMT-JS更耐消化。

通过Origin 2018软件进行一级动力学模型拟合,如图10所示,各淀粉的水解率动力学公式为: $C_{t(JS)}=38.93 \times (1 - e^{-0.18t})$, $C_{t(HMT-JS)}=23.02 \times (1 - e^{-0.25t})$, $C_{t(PT-JS)}=31.74 \times (1 - e^{-0.2t})$, $C_{t(UT-JS)}=35.42 \times (1 - e^{-0.19t})$ 。由表9可知,粳米淀粉的 C_{∞} 、HI和eGI

最高,HMT-JS、PT-JS、UT-JS相应的 C_{∞} 、HI和eGI均有一定程度的下降,其中HMT-JS的最小,说明处理后的淀粉作为膳食的一部分摄入时,产生的餐后血糖变化相对较小。动力学常数 k 反映了淀

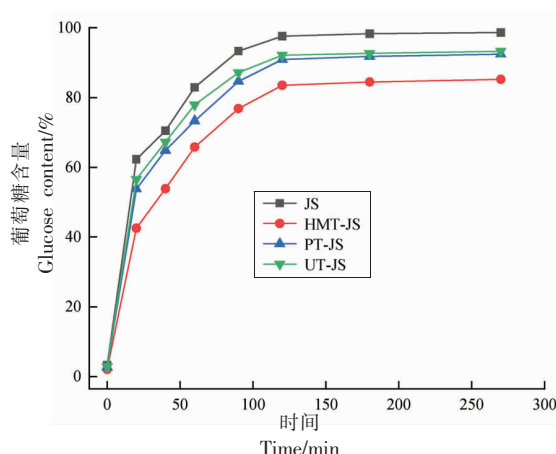


图9 不同物理法制备的抗性粳米淀粉的水解曲线
Fig.9 Hydrolysis curves of resistant japonica starch prepared by different physical methods

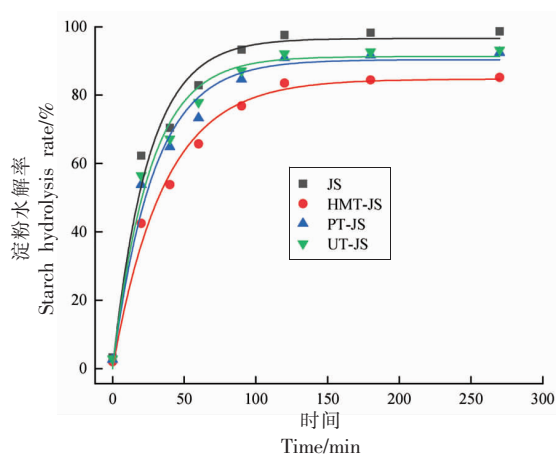


图10 不同物理法制备的抗性粳米淀粉的体外消化一级动力学拟合曲线

Fig.10 Kinetic fitting curves for *in vitro* digestion of resistant japonica starch prepared by different physical methods at first level

表9 不同物理法制备的抗性粳米淀粉的动力学方程特征参数、水解指数和血糖生成指数
Table 9 Kinetic equation characteristic parameters, hydrolysis index and glucose production index of resistant japonica starch prepared by different physical methods

样品	平衡浓度 $C_{\infty}/\%$	动力学常数 k/min^{-1}	水解指数 HI	血糖生成指数 eGI
JS	38.93 ± 1.97^a	0.18 ± 0.03^a	97.89 ± 2.07^a	92.58 ± 1.72^a
HMT-JS	23.02 ± 1.18^c	0.25 ± 0.04^a	76.86 ± 1.25^d	74.45 ± 1.29^d
PT-JS	31.74 ± 1.41^b	0.20 ± 0.03^a	86.75 ± 1.76^c	82.98 ± 1.54^c
UT-JS	35.42 ± 1.50^b	0.19 ± 0.03^a	91.44 ± 1.92^b	87.02 ± 1.67^b

粉体外消化速率的快慢^[54],HMT-JS的 k 值最大,表明HMT-JS在体外消化过程中,达到平衡浓度的速度比其余3种淀粉快。这与李红梅等^[55]的结论一致。

3 结论

本试验探究了不同物理法制备抗性粳米淀粉的最佳制备条件,并比较粳米淀粉和3种抗性淀粉的结构性质和体外消化特性。研究结果表明,不同物理法制备抗性粳米淀粉的最佳条件分别为:HMT-JS:水分含量20%,湿热时间6h,湿热温度110℃,此时抗性淀粉含量为24.31%;PT-JS:淀粉乳质量分数30%,压热时间30min,压热温度110℃,此时抗性淀粉含量为16.68%;UT-JS:超声功率200W,淀粉乳质量分数30%,超声时间20min,超声温度30℃,此时抗性淀粉含量为15.02%。

与粳米淀粉相比,3种抗性淀粉的峰值黏度、谷值黏度、最终黏度均显著降低,且热稳定性提高,不易回生,PT-JS的热稳定性、剪切稳定性最好;抗性淀粉均为弱凝胶体系,且呈假塑性流体;在固定温度下,抗性淀粉的溶解度、膨润力有所降低,HMT-JS的溶解度最低,膨润力最高,UT-JS的溶解度最高,膨润力最低;冻融稳定性也发生不同程度的变化,HMT-JS和PT-JS的冻融稳定性优于UT-JS。3种抗性淀粉颗粒间均发生黏连,表面变得粗糙,其中UT-JS的颗粒体积显著增大。抗性淀粉的短程有序性、相对结晶度均发生了不同程度的增加,HMT-JS和UT-JS的晶型未发生改变,PT-JS的晶型由A型转变为A+V型。体外消化试验表明HMT-JS、PT-JS、UT-JS的水解率均比粳米淀粉低,其中HMT-JS的水解率、血糖生成指数最低,说明HMT-JS具有较好的抗消化性。本研究结果可为制备抗性粳米淀粉选择合适的物理法提供一定依据,为深入研究抗性粳米淀粉提供数据支持,有利于工业化生产及应用,同时也可进一步提高粳米的价值及综合利用率。

参 考 文 献

[1] 曾超,刘艺琳,肖媚方,等. RS3型抗性淀粉的研

究进展[J]. 食品工业科技, 2020, 41(7): 338-344.

ZENG C, LIU Y L, XIAO M F, et al. Research progress of resistant starch type 3[J]. Science and Technology of Food Industry, 2020, 41(7): 338-344.

[2] 费洪立,李志江,阮长青,等. 抗性淀粉的生理功能及其在食品中的应用[J]. 食品工业科技, 2022, 43(18): 425-432.

FEI H L, LI Z J, LUAN C Q, et al. Physiological function of resistant starch and its application in food[J]. Science and Technology of Food Industry, 2022, 43(18): 425-432.

[3] 王德生,王睿,商文婷,等. 不同品种大米理化性质的探究[J]. 食品研究与开发, 2021, 42(11): 8-16.

WANG D S, WANG R, SHANG W T, et al. Study on physicochemical properties of different rice varieties[J]. Food Research and Development, 2021, 42(11): 8-16.

[4] AMAGLIANI L, O'REGAN J, KELLY A L, et al. Chemistry, structure, functionality and applications of rice starch[J]. Journal of Cereal Science, 2016, 70: 291-300.

[5] 豁银强,王尧,陈江平,等. 高能球磨对大米淀粉物化特性和结构的影响[J]. 食品科学, 2020, 41(13): 89-95.

HUO Y Q, WANG Y, CHEN J P, et al. Effect of high energy ball milling on physicochemical properties and structure of rice starch[J]. Food Science, 2020, 41(13): 89-95.

[6] KHURSHIDA S, DEKA S C. Application of microwave and hydrothermal treatments for modification of cassava starch of Manipur region, India and development of cookies[J]. Journal of Food Science and Technology, 2022, 59: 344-354.

[7] KIM J Y, LEE Y K, CHANG Y H. Structure and digestibility properties of resistant rice starch cross-linked with citric acid[J]. International Journal of Food Properties, 2017, 20(S2): 2166-2177.

[8] 陈园荟,纪杭燕,邱超,等. 酶法制备低热量淀粉及其衍生物的研究进展[J]. 食品与生物技术学报, 2022, 41(11): 31-39.

CHEN Y H, JI H Y, QIU C, et al. Research progress in enzymatic preparation of low calorie starch and its derivatives[J]. Journal of Food Sci-

- ence and Biotechnology, 2022, 41(11): 31-39.
- [9] 王宁, 阮长青, 张东杰, 等. RS3型抗性淀粉制备方法研究进展[J]. 中国粮油学报, 2021, 36(12): 185-193.
WANG N, RUAN C Q, ZHANG D J, et al. Research advances on preparation methods of type 3 resistant starch[J]. Journal of the Chinese Cereals and Oils Association, 2021, 36(12): 185-193.
- [10] 盛志佳. 大米淀粉提取及大米多孔淀粉的制备及特性研究[D]. 长沙: 湖南农业大学, 2010.
SHENG Z J. Rice starch extraction and preparation of porous starch[D]. Changsha: Hunan Agricultural University, 2010.
- [11] 高嫚, 贾健辉, 周迅, 等. 基于AOAC法对Englyst法测定粳米淀粉消化特性的优化[J]. 食品工业科技, 2023, 44(10): 264-269.
GAO M, JIA J H, ZHOU X, et al. Optimization of Englyst method for determination of starch digestibility of japonica rice based on AOAC method[J]. Science and Technology of Food Industry, 2023, 44(10): 264-269.
- [12] 卢紫君, 赵时珊, 蔡芳, 等. 陈化前后大米的淀粉结构及理化性质分析[J]. 现代食品科技, 2022, 38(6): 126-135, 8.
LU Z J, ZHAO S S, CAI F, et al. Analysis of the structure and physicochemical properties of rice starch before and after aging[J]. Modern Food Science and Technology, 2022, 38(6): 126-135, 8.
- [13] 张超, 邓艳琴, 李书艺, 等. 高场强超声影响葛根淀粉溶解性与冻融稳定性的作用机制[J]. 食品科技, 2022, 47(11): 205-212.
ZHANG C, DENG Y Q, LI S Y, et al. Mechanism of action of high field ultrasonic influence on solubility and freeze-thaw stability of kudzu starch[J]. Food Science and Technology, 2022, 47(11): 205-212.
- [14] YU W W, ZOU W, DHITAL S, et al. The adsorption of α -amylase on barley proteins affects the in vitro digestion of starch in barley flour[J]. Food Chemistry, 2018, 241: 493-501.
- [15] FONSECA L M, EL HALAL S L M, DIAS A R G, et al. Physical modification of starch by heat-moisture treatment and annealing and their applications: A review[J]. Carbohydrate Polymers, 2021, 274: 118665.
- [16] CHEN X, HE X W, FU X, et al. *In vitro* diges-
tion and physicochemical properties of wheat starch/flour modified by heat-moisture treatment[J]. Journal of Cereal Science, 2015, 63: 109-115.
- [17] 周帅. 亲水性胶体结合湿热处理对玉米淀粉消化性能的影响[D]. 无锡: 江南大学, 2020.
ZHOU S. Effect of hydrocolloids with heat-moisture treatment on the digestibility of corn starch [D]. Wuxi: Jiangnan University, 2020.
- [18] AHN J H, BAEK H R, KIM K M, et al. Slowly digestible sweet potato flour: Preparation by heat-moisture treatment and characterization of physicochemical properties[J]. Food Science and Biotechnology, 2013, 22(2): 383-391.
- [19] 杨帆, 肖华西, 林亲录, 等. 超声波-湿热法结合酸水解制备大米抗性淀粉及其理化性质研究[J]. 中国粮油学报, 2018, 33(7): 43-50.
YANG F, XIAO H X, LIN Q L, et al. Ultrasound-dampheat method combined with acid hydrolysis in preparation of rice resistant starch and its physico-chemical properties[J]. Journal of the Chinese Cereals and Oils Association, 2018, 33(7): 43-50.
- [20] 李琳何, 党雯琳, 张喻. 湿热处理制备马铃薯抗性淀粉工艺优化[J]. 保鲜与加工, 2020, 20(6): 142-147.
LI L H, DANG W L, ZHANG Y. Process optimization of the potato resistant starch prepared by heat-moisture treatment [J]. Storage and Process, 2020, 20(6): 142-147.
- [21] DUNDAR A N, GOCMEN D. Effects of autoclaving temperature and storing time on resistant starch formation and its functional and physicochemical properties[J]. Carbohydrate Polymers, 2013, 97(2): 764-771.
- [22] 张雅琦, 董莹, 阮长青, 等. 高抗性淀粉奶白花芸豆的压热法制备工艺研究[J]. 食品工业科技, 2023, 44(18): 1-9.
ZHANG Y Q, DONG Y, RUAN C Q, et al. Research on the preparation of light speckled kidney bean with high resistance starch by autoclaving processing[J]. Science and Technology of Food Industry, 2023, 44(18): 1-9.
- [23] 张红霞, 金佳幸, 李炎, 等. 响应面法优化山药抗性淀粉制备及结构分析[J]. 食品研究与开发, 2018, 39(6): 46-52.
ZHANG H X, JIN J X, LI Y, et al. Optimization

- of preparation for Chinese yam by response surface methodology and structural analysis[J]. *Food Research and Development*, 2018, 39(6): 46–52.
- [24] RAUNGRUSMEE S, ANAL A K. Effects of linterization, autoclaving, and freeze–thaw treatments on resistant starch formation and functional properties of pathumthani 80 rice starch[J]. *Foods*, 2019, 8(11): 36–39.
- [25] 余世锋, 张莹, 孙天颖, 等. 超声处理对大米RS3型抗性淀粉产率的影响[J]. *食品科技*, 2013, 38(3): 134–138.
- YU S F, ZHANG Y, SUN T Y, et al. Effect of ultrasonic treatment on the yield of rice RS3[J]. *Food Science and Technology*, 2013, 38(3): 134–138.
- [26] YOU Q H, ZHANG X J, FANG X X, et al. Ultrasonic-assisted preparation and characterization of RS3 from pea starch[J]. *Food and Bioprocess Technology*, 2019, 12(7): 1244–1249.
- [27] 张楚佳, 窦博鑫, 高嫚, 等. 物理法制备RS3型抗性淀粉的研究进展[J]. *食品工业科技*, 2023, 44(13): 425–433.
- ZHANG C J, DOU B X, GAO M, et al. Progress in the preparation of RS3 resistant starch by physical methods[J]. *Science and Technology of Food Industry*, 2023, 44(13): 425–433.
- [28] 白婷, 靳玉龙, 朱明霞, 等. 超声波处理对青稞淀粉理化特性的影响[J]. *中国粮油学报*, 2021, 36(9): 60–66.
- BAI T, JIN Y L, ZHU M X, et al. Effect of ultrasonic treatment on physicochemical properties of highland barley starch[J]. *Journal of the Chinese Cereals and Oils Association*, 2021, 36(9): 60–66.
- [29] 李姝颖, 谢钰欣, 张蕾, 等. 超声波辅助钝化改性甘薯淀粉的结构及理化特性[J]. *中国粮油学报*, 2023, 38(9): 89–97.
- LI S Y, XIE Y X, ZHANG L, et al. Effect of ultrasound assisted annealing modification on structure and physicochemical properties of sweet potato starch[J]. *Journal of the Chinese Cereals and Oils Association*, 2023, 38(9): 89–97.
- [30] 张民, 吴娜, 董家美, 等. 不同改性方法对大米淀粉理化性质及颗粒结构的影响[J]. *现代食品科技*, 2013, 29(1): 19–23.
- ZHANG M, WU N, DONG J M, et al. Effects of different modification on physicochemical properties and granule structure of rice starch[J]. *Modern Food Science and Technology*, 2013, 29(1): 19–23.
- [31] 李少辉, 生庆海, 赵巍, 等. 不同粒径小米粉对面团流变特性及馒头质构特性的影响[J]. *食品科学*, 2022, 43(16): 98–106.
- LI S H, SHENG Q H, ZHAO W, et al. Effect of foxtail millet flours with different particle sizes on rheological properties of dough and texture characteristics of steamed bread[J]. *Food Science*, 2022, 43(16): 98–106.
- [32] 郑启航, 苗振弛, 宋斌, 等. 高静水压处理对玉米淀粉/阿魏酸复合体系理化及结构特性的影响[J]. *食品科学*, 2023, 44(19): 51–57.
- ZHENG Q H, MIAO Z C, SONG B, et al. Effects of high hydrostatic pressure treatment on physicochemical and structural characteristics of maize starch/ferulic acid composite system[J]. *Food Science*, 2023, 44(19): 51–57.
- [33] YANG X J, CHI C D, LIU X L, et al. Understanding the structural and digestion changes of starch in heat–moisture treated polished rice grains with varying amylose content[J]. *International Journal of Biological Macromolecules*, 2019, 139: 785–792.
- [34] 安飞, 刘亚伟, 刘洁. 交联程度对木薯淀粉特性的影响[J]. *食品科学*, 2017, 38(15): 101–107.
- AN F, LIU Y W, LIU J, et al. Effect of cross–linking degree on characteristics of tapioca starch[J]. *Food Science*, 2017, 38(15): 101–107.
- [35] 韩雪琴. 大米淀粉与食源性多酚相互作用的研究[D]. 广州: 华南理工大学, 2020.
- HAN X Q. Study on the interaction between rice starch and food derived polyphenols[D]. Guangzhou: South China University of Technology, 2020.
- [36] CAI J W, MAN J M, HUANG J, et al. Relationship between structure and functional properties of normal rice starches with different amylose contents[J]. *Carbohydrate Polymer*, 2015, 125: 35–44.
- [37] WANG L, ZHANG C N, CHEN Z X, et al. Effect of annealing on the physico–chemical properties of rice starch and the quality of rice noodles[J]. *Journal of Cereal Science*, 2018, 84: 125–131.
- [38] 王雨生, 陈海华, 赵阳, 等. 热处理对不同直链淀粉含量的玉米淀粉理化性质的影响[J]. *中国粮油学报*, 2016, 31(9): 45–51.

- WANG Y S, CHEN H H, ZHAO Y, et al. Effect of thermal treatment on physicochemical properties of corn starches with different amylose content[J]. Journal of the Chinese Cereals and Oils Association, 2016, 31(9): 45-51.
- [39] 马楠, 葛颖, 黄思莹, 等. 4种改性淀粉与明胶共混膜的制备与性质比较[J]. 现代食品科技, 2023, 39(8): 221-227.
- MA N, GE Y, HUANG S Y, et al. Preparation and property comparison of four modified starches and gelatin blended films[J]. Modern Food Science and Technology, 2023, 39(8): 221-227.
- [40] 谢天, 孙洪蕊, 康立宁, 等. 双螺杆挤压对玉米重组米理化特性及品质特性的影响[J]. 食品科学, 2019, 40(17): 183-189.
- XIE T, SUN H R, KANG L N, et al. Effect of twin-screw extrusion on physicochemical properties and quality characteristics of corn flour[J]. Food Science, 2019, 40(17): 183-189.
- [41] 尹乐斌, 何平, 刘桢丽, 等. 豌豆抗性淀粉制备工艺优化及理化性质研究[J]. 中国酿造, 2022, 41(2): 198-203.
- YIN L B, HE P, LIU Y L, et al. Optimization of preparation process and physiochemical properties of pea resistant starch[J]. China Brewing, 2022, 41(2): 198-203.
- [42] LAN H, HOOVER R, JAYAKODY L, et al. Impact of annealing on the molecular structure and physicochemical properties of normal, waxy and high amylose bread wheat starches[J]. Food Chemistry, 2008, 111(3): 663-675.
- [43] 胡荣, 汪楠, 张甫生, 等. 高压均质处理对豌豆淀粉流变特性及多尺度结构的影响[J]. 食品科学, 2023, 44(5): 53-61.
- HU R, WANG N, ZHANG P S, et al. Effect of high-pressure homogenization on rheological properties and multiscale structure of pea starch[J]. Food Science, 2023, 44(5): 53-61.
- [44] 王萌. 超声波和微波双重处理对淀粉理化性质和功能性质的影响[D]. 北京: 北京林业大学, 2021.
- WANG M. Effect of ultrasonic and microwave dual-treatment on the physicochemical and functional properties of starch[D]. Beijing: Beijing Forestry University, 2021.
- [45] LI X L, SUN C J, LUO L B, et al. Determination of tea polyphenols content by infrared spectroscopy coupled with iPLS and random frog techniques[J]. Computers and Electronics in Agriculture, 2015, 112: 28-35.
- [46] FREI M, SIDDHURAJU P, BECKER K. Studies on the *in vitro* starch digestibility and the glycemic index of six different indigenous rice cultivars from the Philippines[J]. Food Chemistry, 2003, 83(3): 395-402.
- [47] FAN D M, MA W R, WANG L Y, et al. Determination of structural changes in microwaved rice starch using Fourier transform infrared and Raman spectroscopy[J]. Starch-Starke, 2012, 64(8): 598-606.
- [48] 李蟠莹, 戴涛涛, 陈军, 等. 原花青素对大米淀粉老化性质的影响[J]. 食品工业科技, 2018, 39(18): 6.
- LI P Y, DAI T T, CHEN J, et al. Effect of proanthocyanidins on retrogradation of rice starch[J]. Science and Technology of Food Industry, 2018, 39(18): 6.
- [49] 周定婷, 马蓁, 许江彬, 等. 体外消化对超声-高压处理的豌豆抗性淀粉的结构和理化特性的影响[J]. 食品与发酵工业, 2019, 45(11): 85-90.
- ZHOU D T, MA Q, XU J B, et al. Variations in structural and physicochemical properties of ultrasonic-autoclaved pea resistant starch during *in vitro* digestion[J]. Food and Fermentation Industries, 2019, 45(11): 85-90.
- [50] ZHAO K, ZHANG B, SU C Y, et al. Repeated heat-moisture treatment: A more effective way for structural and physicochemical modification of mung bean starch compared with continuous way[J]. Food and Bioprocess Technology, 2020, 13: 452-461.
- [51] FLORES-SILVA P C, ROLDAN-CRUZ C A, CHAVEZ-ESQUIVEL G, et al. *In vitro* digestibility of ultrasound-treated corn starch[J]. Starch - Stärke, 2017, 69(9/10): 1700040.
- [52] 曹旭, 辛明航, 刘婷婷, 等. 湿热处理对油莎豆淀粉理化性质、结构及体外消化特性的影响[J]. 中国粮油学报, 2022, 37(10): 131-137.
- CAO X, XIN M H, LIU T T, et al. Impact of heat moisture treatment on physicochemical properties, structure and digestive properties of *Cyperus esculentus* L. starch[J]. Journal of the Chinese Cereals and Oils Association, 2022, 37(10): 131-137.
- [53] 吴天昊, 韩蕊, 许志凌云, 等. 超声改性蛋白对玉

- 米淀粉凝胶结构及消化特性的影响[J]. 食品科学技术学报, 2022, 40(6): 52–61.
- WU T H, HAN R, XU Z L Y, et al. Effect of ultrasonically modified protein on structure and digestive properties of corn starch gels[J]. Journal of Food Science and Technology, 2022, 40(6): 52–61.
- [54] 程冰, 林顺顺, 李梦琴, 等. 2种抗性淀粉的结构特征及体外消化性研究[J]. 中国粮油学报, 2022, 37(2): 81–88, 96.
- CHENG B, LIN S S, LI M Q, et al. Structural characteristics and *in vitro* digestibility of two resistant starches[J]. Journal of the Chinese Cereals and Oils Association, 2022, 37(2): 81–88, 96.
- [55] 李红梅, 陈文文, 黄璐, 等. 复合湿热处理对苦荞全粉理化特性及体外消化性的影响[J]. 食品科学技术学报, 2021, 39(5): 39–48.
- LI H M, CHEN W W, HUANG L, et al. Effect of combined heat–moisture treatments on physico-chemical properties and *in vitro* digestibility of whole tartary buckwheat flour[J]. Journal of Food Science and Technology, 2021, 39(5): 39–48.

Structure and Physical and Chemical Properties of Resistant Japonica Rice Starch Prepared by Three Physical Methods

ZHANG Chujia¹, JIA Jianhui^{1,2}, GAO Man¹, WANG Zeran¹, LIU Ying¹, DOU Boxin^{1*}, ZHANG Na¹

¹College of Food Engineering, Harbin University of Commerce, Harbin 150028

²College of Life Science and Technology, Mudanjiang Normal University, Mudanjiang 157011, Heilongjiang)

Abstract Comparison of the structural properties of resistant japonica starch prepared using various physical methods provides a theoretical foundation for industrial production. The resistant japonica starch (denoted as HMT-JS, PT-JS, and UT-JS, respectively) was prepared by the heat moisture method, the heat pressure method, and the ultrasonic method using japonica starch as raw material. The optimal preparation conditions were determined by single-factor tests, and the structure and properties of the resistant japonica starch under the optimal process conditions were investigated. The results showed that the optimum conditions for the preparation of resistant japonica rice starch by different physical methods were as follows: HMT-JS: moisture content of 20%, heat moisture time of 6 h, heat moisture temperature of 110 °C, resistant starch content of 24.31%; PT-JS: starch emulsion mass fraction of 30%, heat pressure time of 30 min, heat pressure temperature of 110 °C, resistant starch content of 16.68%; UT-JS: starch emulsion mass fraction of 30%, ultrasonic time 20 min, ultrasonic temperature 30 °C, resistant starch content of 15.02%. Compared with japonica starch, the solubility and swelling power of the three resistant starches were reduced, the thermal stability was significantly improved, and they were less likely to regenerate, and the freeze-thaw stability also changed to different degrees; the rheological results showed that japonica starch and the three resistant starches were weak gel systems and pseudoplastic fluids; the surface of the three resistant starch granules became rough and adhered, and the relative crystallinity and short-range orderliness increased. The results of *in vitro* digestion tests showed that within the same hydrolysis time, the hydrolysis rate of the three resistant starches was lower than that of japonica rice starch, with HMT-JS having the lowest glycaemic index of 74.45%. The results of the study provide a reference for the development of deep processing products of japonica starch.

Keywords japonica starch; resistant starch; physical method; structural properties