

苦荞抗性淀粉制备工艺的优化研究

王灼琛, 程江华 (安徽省农业科学院农产品加工研究所, 安徽合肥 230031)

摘要 [目的]研究压热法制备苦荞抗性淀粉的最优工艺。[方法]采用压热法制备苦荞淀粉,通过正交试验及单因素试验分析,研究淀粉浆 pH、淀粉浆浓度、压热时间、压热温度 4 个因素对苦荞抗性淀粉得率的影响。[结果]通过正交试验确定压热法制备苦荞抗性淀粉的最优工艺条件:淀粉浆 pH 7、淀粉浆浓度 60%、压热时间 60 min、压热温度 110 ℃,在此条件下的抗性淀粉得率为 14.21%。此外,在制备抗性淀粉的同时,有效地提取分离了苦荞黄酮,提取率达到 93.50%。[结论]该研究可为苦荞淀粉的深度开发利用提供参考。

关键词 苦荞;抗性淀粉;压热;正交试验

中图分类号 TS236.9 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2017)36-0072-03

Optimization Study on Processing Conditions of Tartary Buckwheat Resistant Starch

WANG Zhuo-chen, CHENG Jiang-hua (Institute of Agricultural Products Processing, Anhui Academy of Agricultural Sciences, Hefei, Anhui 230031)

Abstract [Objective] Study on the optimal processing of preparation of tartary buckwheat resistant starch by pressure heat. [Method] In this paper, the method of single factor test and orthogonal test analysis were used to optimize tartary buckwheat resistant starch preparation technology through the analysis of concentration of starch, pH, temperature and time four factors influence on tartary buckwheat resistant starch yield. [Result] The results showed that the optimal processing conditions were as follows: 60% starch slurry concentration, pH 7, temperature 110 ℃ and time 60 min. Using the technology conditions for preparation, the yield of resistant starch is 14.21%. In addition, the effective extraction and separation of the tartary buckwheat flavone extraction rate reached 93.50%. [Conclusion] This study can provide reference for further development and utilization of tartary buckwheat.

Key words Tartary buckwheat; Resistant starch; Thermal-press processing method; Orthogonal test

抗性淀粉(RS)又称抗酶解淀粉及难消化淀粉,因其具有调节血糖、防止心脑血管疾病等功能,且富含可溶性食用纤维,可被开发成膳食纤维营养强化剂、食品增稠剂等产品,并广泛地应用于食品营养领域。

苦荞作为一种药食同源类食品,不仅具有降血脂、抗氧化、增强免疫力等功效,还含有大量的抗性淀粉(7.5%~35.0%的抗性淀粉),可以作为抗性淀粉的一个物种来源^[1-2]。关于抗性淀粉的制备已有大量的研究,但以苦荞为原料制备抗性淀粉的报道却不多。笔者采用压热法制备抗性淀粉,通过研究不同因素对制备工艺的影响,探讨其最优工艺。

1 材料与方法

1.1 材料

1.1.1 原料。苦荞粉,四川凉山;苦荞抗性淀粉,自制。

1.1.2 主要试剂。α-淀粉酶、葡萄糖淀粉酶、胃蛋白酶,美国 Sigma 公司;葡萄糖测试试剂盒,上海荣盛生物药业有限公司;葡萄糖标准品,南京建成生物工程研究所;芦丁标准品,中国药品生物制品检定所;盐酸(分析纯)、氢氧化钠(分析纯)、氯化钾(分析纯)、无水乙醇(分析纯),国药集团。

1.1.3 主要仪器。PHS-3C pH 计,上海仪电科学仪器股份有限公司;SHZ-Ⅲ循环水真空泵,上海亚荣生化仪器厂;TGL16M 离心机,长沙湘智离心机仪器有限公司;RE-52A 旋转蒸发器,上海亚荣生化仪器厂;10-1 mm 石英微量比色皿,无锡市晶禾光学仪器有限公司;1900PC 型双光束紫外可见分光光度计,上海谱元仪器有限公司;ZD-85 气浴恒温振

荡器,江苏金坛市精达仪器制造有限公司;HH 数显恒温水浴锅,江苏金坛市金城国胜实验仪器厂;GZX-GF101-3BS 电热恒温鼓风干燥箱,上海跃进医疗器械有限公司;JK-500B 型超声波清洗器,合肥金尼克机械制造有限公司;BCD-160TB 电冰箱,青岛海尔股份有限公司。

1.2 试验技术路线

1.2.1 苦荞抗性淀粉的制备^[3-4]。苦荞粉→乙醇提取→

↓

黄酮分离

渣处理→洗涤→脱水、干燥→苦荞淀粉→淀粉乳→预糊化→压热处理→室温冷却→胃蛋白酶→37 ℃水浴 60 min→室温冷却→4 ℃冷藏 24 h→烘干粉碎→过筛(100 目)→抗性淀粉。

1.2.2 苦荞抗性淀粉的测定。抗性淀粉→α-淀粉酶→38 ℃水浴 16 h→室温冷却→离心→葡萄糖淀粉酶→60 ℃水浴 60 min→离心→取上层液体→定容→葡萄糖试剂盒测定葡萄糖含量→换算得抗性得率。

1.3 方法

1.3.1 苦荞黄酮的测定。

1.3.1.1 苦荞黄酮的提取分离。称取 2.0 g 苦荞粉末于 100 mL 锥形瓶中,置入一定量的 80% 乙醇,75 ℃、料液比 1:20(g:mL)的前提下超声波辅助提取 20 min,提取 1 次,趁热减压抽滤,干燥。

1.3.1.2 芦丁标准曲线的制作。称取芦丁标准品 10 mg,用乙醇定容至 100 mL,得到浓度为 0.1 mg/mL 的母液。准确吸取母液 2、4、6、8、10、12 mL,然后加水至刻度,混匀。通过全波段扫描后,在波长 500 nm 处测定标准芦丁的吸光值,以芦丁的浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,制作标准曲线,得回归方程。

基金项目 2016 年安徽省农业科学院院长青年创新基金项目(16B1225)。
作者简介 王灼琛(1982—),女,河北石家庄人,助理研究员,博士,从事食品科学研究。
收稿日期 2017-11-21

1.3.1.3 超声法测定苦荞总黄酮含量。准确吸取样品 1 mL 于 100 mL 容量瓶中,用蒸馏水定容,测定其吸光值。根据标准曲线得到黄酮含量,并计算出黄酮的含量。

1.3.1.4 索氏提取法测定苦荞总黄酮含量。取苦荞粉 10 g,用 75% 乙醇溶液进行索氏提取 48 h,提取至无色后,进行抽滤,定容至 100 mL,测定其吸光值,根据标准曲线得到黄酮含量,以此作为苦荞中总黄酮含量比较标准。

1.3.2 苦荞淀粉的制备。取苦荞粉 100 g,置于 500 mL 烧杯,加入 300 mL 水浸泡,室温下静置 30 min。分别用 80 目和 120 目分样筛进行筛滤,将麸皮、纤维等杂质去除,再用蒸馏水反复冲洗 2 次。细孔浆用 10% NaOH 和 10% HCl 溶液调 pH 后,在转速为 5 000 r/min 下离心 15 min,去除上层杂质后,用蒸馏水冲洗沉淀物,并反复离心 3 次,分离出蛋白和淀粉。将分离出的淀粉在 40 °C 鼓风机干燥箱内干燥 10 h,将其粉碎过 120 目筛后,即得苦荞淀粉。

1.3.3 苦荞抗性淀粉的制备。称取 10 g 苦荞淀粉,加入 50 mL 蒸馏水中,搅拌均匀,加热预糊化后,封口置于压力锅内,恒温恒压一定时间后取出,自然放置,4 °C 贮藏 24 h,50 °C 干燥 24 h,粉碎过 100 目筛,制得苦荞抗性淀粉。

1.3.4 苦荞抗性淀粉含量的测定。将 0.5 g 苦荞抗性淀粉加入到一定量的 KCl·HCl 缓冲液中,再加入过量胃蛋白酶,38 °C 水浴振荡反应 60 min。自然冷却至室温后,用 KOH 调 pH 至 6.5。再加入过量 α -淀粉酶,37 °C 水浴振荡反应 24 h,自然冷却至室温后,在转速为 5 000 r/min 下离心,用蒸馏水反复冲洗至少 3 次。用 2 mol/L KOH 溶解沉淀物,调 pH 至 4.7,加入过量的葡萄糖淀粉酶,在 60 °C 恒温水浴 60 min。自然冷却至室温后,离心取上清液,定容后,测定葡萄糖含量。用葡萄糖含量 $\times 0.9$,即为抗性淀粉的含量。

2 结果与分析

2.1 苦荞黄酮含量 由表 1 可知,采用超声提取法提取黄酮 3 次,黄酮含量分别为 1.51%、1.38%、1.85%,平均含量 1.58%;同时采用索氏提取法作为苦荞中总黄酮含量比较标准,测得黄酮含量分别为 1.63%、1.45%、1.99%,平均含量 1.69%。采用超声波法分离提取黄酮,在 80% 乙醇,75 °C、料液比 1:20(g:mL)、提取时间 20 min 的条件下,黄酮提取率达到 93.50%,分离提取率高。

表 1 不同提取法提取苦荞黄酮的得率

样品 Sample	黄酮含量 Flavonoid content		提取率 Extraction rate
	超声提取法 Ultrasonic extraction method	索氏提取法 Soxhlet extraction method	
1	1.51	1.63	92.6
2	1.38	1.45	95.2
3	1.85	1.99	93.0
平均 Average	1.58	1.69	93.5

黄酮是苦荞中主要的活性成分物质,具有降血脂、抗氧化、增强免疫力等功效^[5-6]。因此,在以苦荞为原料制备抗

性淀粉的同时,不仅需要抗性淀粉与黄酮分离,还要尽可能完整地收集黄酮,避免浪费。传统水提黄酮的方法,不能使抗性淀粉和黄酮完全分离,该试验采用超声醇提黄酮的方法,不仅可以抗性淀粉和黄酮充分分离、提取完整,还可以加速黄酮进入溶剂,提高效率,缩短时间,节约成本。

2.2 淀粉浆浓度对苦荞抗性淀粉得率的影响 由图 1 可知,当压热温度为 120 °C,压热时间为 30 min,淀粉浆 pH 为 7 时,随着淀粉浆浓度的增加,抗性淀粉的得率不断升高,苦荞抗性淀粉得率在淀粉浆浓度 60% 时最高;淀粉浆浓度再继续增加时,抗性淀粉得率略有下降。淀粉浆浓度太高或太低都不利于抗性淀粉的形成,浓度太低,伸展开的淀粉分子不易形成有序排列,影响抗性淀粉的得率;浓度太高,淀粉糊化后其分子相互碰撞几率减少,不易形成抗性淀粉。

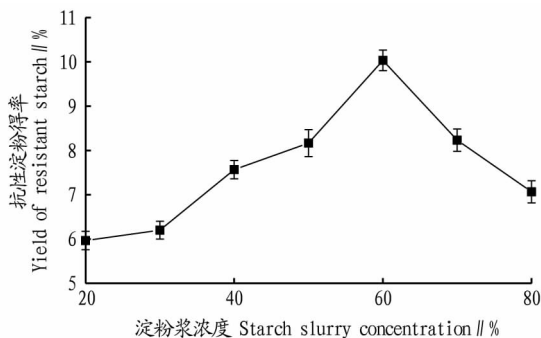


图 1 淀粉浆浓度对抗性淀粉得率的影响

Fig. 1 Effect of starch slurry concentration on yield of resistant starch

2.3 淀粉浆 pH 对苦荞抗性淀粉得率的影响 由图 2 可知,当淀粉浆浓度为 60%,压热温度为 120 °C,压热时间为 30 min 时,淀粉浆 pH 在 5~8 的范围内,抗性淀粉得率较高,淀粉浆 pH 过低或过高都不利于抗性淀粉的形成。可能是由于酸性或碱性的条件下,淀粉结构易被破坏,不易形成晶体,同时也不利于相关酶的催化作用,以致难以形成抗性淀粉^[7]。

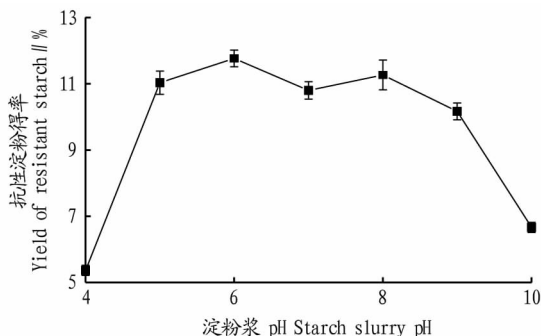


图 2 淀粉浆 pH 对抗性淀粉得率的影响

Fig. 2 Effect of starch slurry pH on yield of resistant starch

2.4 压热温度对苦荞抗性淀粉得率的影响 由图 3 可知,当淀粉浆浓度 60%,压热时间为 30 min,淀粉浆 pH 为 7 时,随着压热温度的升高,抗性淀粉得率呈上升趋势,当压热温度 120 °C 时,苦荞抗性淀粉得率最高,继续升高温度其得率无明显变化,说明温度的升高可以使淀粉颗粒完全糊化,游

离出淀粉分子,同时还可以使直链淀粉与脂类形成的复合物发生解离,释放出直链淀粉分子。但是温度过高,又会使淀粉分子过度降解,不利于抗性淀粉的生成^[8-10]。因此,选择120℃为最佳压热温度。

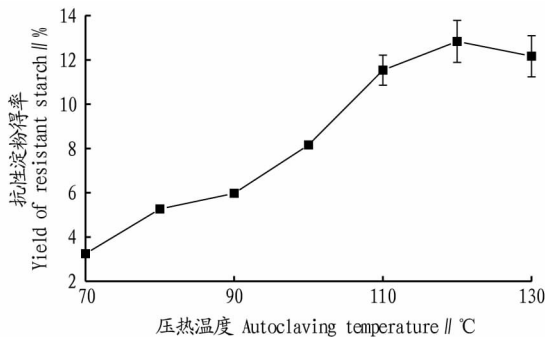


图3 压热温度对抗性淀粉得率的影响

Fig.3 Effect of autoclaving temperature on yield of resistant starch

2.5 压热时间对苦荞抗性淀粉得率的影响 由图4可知,抗性淀粉的得率随着处理时间的增加而增加,但是在处理60 min时,抗性淀粉得率基本不变,处理时间60 min其抗性淀粉得率最高。这是由于压热时间过短难以破坏淀粉颗粒的分子序列,妨碍直链淀粉的释放,不利于抗性淀粉生成^[11-12]。同时,加热时间过长会使淀粉降解过度,影响抗性淀粉的生成^[13]。

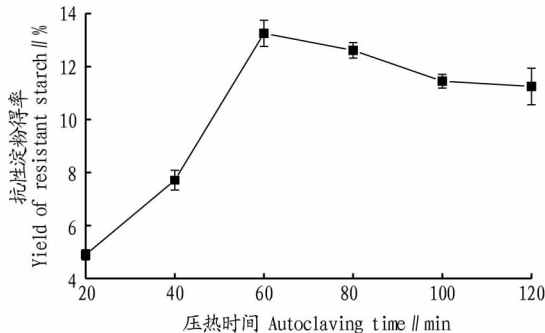


图4 压热时间对抗性淀粉得率的影响

Fig.4 Effect of autoclaving time on yield of resistant starch

2.6 苦荞抗性淀粉制备工艺的优化 在单因素试验的基础上,以抗性淀粉得率为指标,采用 $L_9(3^4)$ 正交试验考察淀粉浆浓度、淀粉浆pH、压热温度、压热时间4个因素对抗性淀粉形成的影响。正交试验因素水平设计见表2,结果见表3。

表2 苦荞抗性淀粉制备工艺优化正交试验因素水平设计

Table 2 Orthogonal test factors and level design of tartary buckwheat resistant starch preparation process optimization

水平 Level	因素 Factor			
	淀粉浆 浓度(A) Starch slurry concentration %	淀粉浆 pH(B) Starch slurry pH	压热温 度(C) Autoclaving temperature °C	压热时间 Autoclaving time min
1	50	6.0	110	40
2	60	7.0	120	60
3	70	8.0	130	80

由表3分析可知,各因素对抗性淀粉得率的影响大小依次为淀粉浆浓度(A)、压热时间(D)、淀粉浆pH(B)、压热温度(C)。根据K值确定的最优方案组合为 $A_2B_3C_2D_2$,而直观分析得出的最优组合为 $A_2B_3C_1D_2$,因此对 $A_2B_3C_2D_2$ 组合进行试验,得出抗性淀粉得率为12.37%,低于 $A_2B_3C_1D_2$ 试验方案,从而确定试验最优组合为 $A_2B_3C_1D_2$,即淀粉浆浓度60%、淀粉浆pH7、压热温度110℃、压热时间60min,该条件下抗性淀粉得率最高,为14.21%。

表3 苦荞抗性淀粉制备工艺优化的 $L_9(3^4)$ 正交试验结果分析

Table 3 $L_9(3^4)$ orthogonal experimental results analysis of tartary buckwheat resistant starch preparation process optimization

试验号 Test No.	因素 Factor				抗性淀 粉得率 Yield of resistant starch %
	淀粉浆 浓度(A) Starch slurry concentration	淀粉浆 pH(B) Starch slurry pH	压热温 度(C) Autoclaving temper- ature	压热时间 Autoclaving time	
1	1	1	1	1	10.48
2	1	2	2	2	12.05
3	1	3	3	3	11.34
4	2	1	2	3	13.19
5	2	2	3	1	12.54
6	2	3	1	2	14.21
7	3	1	3	2	9.57
8	3	2	1	3	7.23
9	3	3	2	1	8.49
K_1	11.29	11.08	10.64	10.50	
K_2	13.31	10.61	11.24	11.94	
K_3	8.43	11.35	11.15	10.59	
R	4.88	0.74	0.60	1.44	

3 结论与讨论

该研究采用单因素试验和正交试验分析的方法,通过分析淀粉浆浓度、淀粉浆pH、压热温度、压热时间4个因素对苦荞抗性淀粉得率的影响,优化了苦荞抗性淀粉制备工艺。研究结果显示,其最优工艺条件为淀粉浆浓度60%、淀粉浆pH7、压热温度110℃、压热时间60min。采用该工艺条件进行制备,抗性淀粉得率为14.21%。此外,在制备抗性淀粉的同时,有效地提取分离了苦荞黄酮,提取率达到93.50%。

目前,抗性淀粉的制备方法多采用压热法、酶解法、超声波法等。压热法制备抗性淀粉,简单、易操作、成本低,但其得率低于压热-酶联合法。赵铁玉^[14]在制备荞麦抗性淀粉时,分别采用了压热法和压热-酶联合法,结果表明采用压热-酶联合法制备的抗性淀粉得率(36.10%)高于压热法(20.33%)。

参考文献

- 金肇熙,陕方,边俊生,等.苦荞加工利用新技术研究[J].食品科学,2004,25(11):348-350.
- 张建华,肖永霞,邵秀芝.抗性淀粉新技术研究进展[J].粮食与油脂,2009(2):3-5.
- 刘航,国旭丹,马雨洁,等.苦荞淀粉制备工艺及其性质研究[J].中国食品学报,2013,13(4):43-49.
- 周一鸣,李保国,崔琳琳,等.苦荞抗性淀粉对糖尿病小鼠生理功能影响的研究[J].中国粮油学报,2015,30(5):24-28.
- 李欣,王步军.两种苦荞黄酮提取方法的优化及含量测定[J].食品科学,2010,31(6):80-85.

椅园凳造型可充分融入自然文化资源元素,如榕树文化,榕树干粗壮,质地坚硬,适合福州温暖湿润的气候,可将榕树干适当变形改造成园椅园凳休憩设施。②历史人物是福州人文文化的重要体现因素,园椅园凳可通过与其他园林小品共同组合来表达福州历史人物的精神品质,如在案几旁摆设一些园椅园凳,同时在案几主位摆置文人学士勤奋读书的场景雕塑以改善城市人文景观。③文物古迹是前人留下的文明成果,三坊七巷的明清建筑、昙石山文化遗址无不展示着古人的智慧与审美趣味。如将三坊七巷的风火墙形态巧妙地融入园椅园凳的扶手造型中,这一运用手法是展现福州建筑文化的一种有效方式。④福州地区宗教文化类型多样,佛教文化是宗教文化中的一种类型,将佛教重要标志植物莲花以图案形式雕刻在园椅园凳中不失为展现宗教文化氛围的一种表现手法。⑤民俗文化是地域文化的重要组成部分,

如民俗工具石磨,因此可将石磨错位转为园椅园凳的坐面。再如民俗生活用具锅盖,将锅盖作为园椅园凳的坐面也是一种不错的运用方式。因此,民俗文化用具是构造园椅园凳独特造型的重要资源。⑥民以食为天,福州特色小吃锅边糊、芋泥等广受欢迎,大街小巷都有它们的身影,通过长条形坐凳、饭桌,制作锅边糊小吃的用具以及卖小吃人物生动吆喝的雕塑的场景组合再现地域文化饮食特色。⑦福州人的衣食住行与拼搏精神与海洋文化息息相关,园椅园凳造型可以高低起伏的波浪形状表现海洋文化元素,或者挖掘海螺等海洋生物,将海螺等适当变形转为园凳造型。

此外,还应增多地域文化造型的园椅园凳数量,丰富园椅园凳中地域文化元素类型以及增加具有吉祥寓意的符号图案文化的运用。



图6 园椅园凳地域文化参考

Fig. 6 Regional culture reference of garden chairs and garden stools

参考文献

- [1] 蒋晓翌. 地域文化元素在景观园林设计中的应用与研究[D]. 西安:西安建筑科技大学, 2014.
- [2] 赵亨. 福州城市公园中地域文化表达探析[D]. 福州:福建农林大学, 2013.
- [3] 李卓. 地域文化在城市公共设施中的应用研究[D]. 长沙:湖南师范大学, 2012.

- [4] 李会芹, 王炽文. 园林建筑小品的种类及其在园林中的用途[J]. 农业科技与信息(现代园林), 2007(6): 76-80.
- [5] 夏更寿. 园林建筑小品的应用研究[J]. 安徽农业科学, 2004, 32(4): 640-642.
- [6] 李红梅, 付莉莉. 传统造型元素在城市景观中的应用:以济南市为例[J]. 济南大学学报(社会科学版), 2013, 23(2): 87-90.

(上接第74页)

- [6] 刘本国, 朱永义. 苦荞中生物类黄酮提取工艺的研究[J]. 粮食与饲料工业, 2004(4): 23-25.
- [7] 李素玲. 绿豆抗性淀粉的制备及性质研究[D]. 广州:华南理工大学, 2011.
- [8] 王洪燕. 抗性淀粉的制备、性质及其应用研究[D]. 无锡:江南大学, 2007.
- [9] HARALAMPU S G. Resistant starch; A review of the physical properties and biological impact of RS₃ [J]. Carbohydrate polymers, 2000, 41(3): 285-292.
- [10] ZHANG H X, JIN Z Y. Preparation of resistant starch by hydrolysis of maize starch with pullulanase [J]. Carbohydrate polymers, 2011, 83(2):

865-867.

- [11] PERERA A, MEDA V, TYLER R T. Resistant starch: A review of analytical protocols for determining resistant starch and of factors affecting the resistant starch content of foods [J]. Food research international, 2010, 43(8): 1959-1974.
- [12] ENGLYST H N, KINGMAN S M, CUMMINGS J H. Classification and measurement of nutritionally important starch fractions [J]. European journal of clinical nutrition, 1992, 46(S2): 33-50.
- [13] 李光磊. 抗性淀粉的制备及特性研究[D]. 沈阳:沈阳农业大学, 2006.
- [14] 赵铁玉. 压热-酶法提高荞麦面粉中抗性淀粉的研究[D]. 长春:吉林农业大学, 2008.