

高压均质对绿豆淀粉机械力化学效应的影响

李贵萧 牛凯 侯汉学 张慧 代养勇* 董海洲*

(山东农业大学 食品科学与工程学院 山东 泰安 271018)

摘要 以绿豆淀粉为原料,100 MPa 分别均质处理 1、3、5、7 次,通过扫描电镜(SEM)、激光共聚焦显微镜(CLSM)、偏光显微镜(PLM)、X-射线衍射(XRD)、快速黏性分析仪(RVA)、差示扫描量热仪(DSC)等手段研究高压均质处理对绿豆淀粉微观结构及理化性质的影响,探究其相互关系并研究高压均质对绿豆淀粉机械力化学效应。结果表明,高压均质对淀粉颗粒无定形区、晶体结构产生了机械力化学作用,根据机械力化学相关理论可说明淀粉颗粒内部依次经过了受力阶段、聚集阶段、团聚阶段。

关键词 绿豆淀粉;机械力化学效应;理化性质;结构

机械力化学是研究在给固体物质施加机械能量时固体形态、晶体结构等发生变化并诱导物理、化学变化的一门学科,实质上是把机械力的能量(高压、剪切、碾轧、摩擦等)转化为化学能的过程^[1]。在机械力作用下固体物质会发生结晶度降低、晶型转变、颗粒形态改变等变化,机械力对晶体物质作用过程通常分为三个阶段:受力阶段、聚集阶段、团聚阶段^[2]。国内外对机械力化学研究主要集中在晶体材料方面,如 POLIKARPOV E 等研究了球磨及热处理对 MnBi 粉末磁学性质的影响^[3];KONDO K 等研究高剪切力对制药晶体材料的影响机理^[4]。而淀粉作为一种多晶型材料,研究较少。目前研究结果表明,高压微射流、球磨等处理可明显破坏淀粉结构,刘斌等采用混合液态载体研究高压微射流均质玉米淀粉的微细化效果,结果显示二元组分载体介质具有更强的冲击作用^[5];JIRARAT A 研究干磨和湿磨可破坏米粉凝胶等理化特性^[6];但对此变化发生的化学机理研究不够清晰。

本研究利用高压均质对物料可产生强烈的撞击、振荡、剪切和气穴等机械力作用,以绿豆淀粉为原料,通过偏光显微镜(polarizing microscope, PLM)、激光共聚焦显微镜(confocal laser scanning microscopy, CLSM)、扫描电镜(scanning electron microscope, SEM)、快速黏性分析仪(rapid visco analyser, RVA)、

差示扫描量热仪(differential scanning calorimetry, DSC)等手段研究高压均质对绿豆淀粉理化性质及微观结构影响,并揭示高压均质对淀粉颗粒的机械力化学效应,为研究淀粉化学活性及生产高性能变性淀粉提供理论支撑。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

绿豆淀粉:山东诸城兴贸绿豆开发有限公司;8-氨基苝基-1,3,6-三磺酸三钠盐(8-Aminopyrene-1,3,6-trisulfonic acid, trisodium salt, APTS):美国 sigma-aldrich 公司。

Nicolet is5 傅立叶变换红外光谱仪,美国热电尼高力公司;RVA-Erim 黏度分析仪,瑞典波通仪器公司;D8 ADVANCE 型 X 射线衍射仪,德国 BRUKER-AXS 有限公司;T6 新世纪紫外可见分光光度计,北京普析通用仪器有限责任公司;NanoGenizer 型高压均质机,苏州微流纳米生物技术有限公司;B-383POL 热台偏光显微镜,意大利康帕斯公司;QUANTA FEG250 扫描电子显微镜,美国 FEI 公司。

1.2 实验方法

1.2.1 高压均质淀粉的制备

取 200 g 绿豆淀粉(干基),配成 20% 的淀粉乳,搅拌均匀,于 100 MPa 下分别均质 1、3、5、7 次,干燥,研磨至粉状,密封备用。

1.2.2 水溶指数和膨胀度的测定

称取 9 g 绿豆淀粉于烧杯中,配成质量分数为 2.0% 的淀粉乳,85 °C 水浴糊化 30 min,离心。将上清液倾出于已恒重烧杯中,称量并记录,然后烘干至

第一作者:硕士研究生(代养勇副教授和董海洲教授为共同通讯作者, E-mail: dyy.ww@163.com, hzhdong@sdau.edu.cn)。

基金项目:国家自然科学基金项目(31471619);山东省自然科学基金项目(ZR2014JL020)

收稿日期:2016-09-20 改回日期:2016-10-26

恒重 称其质量为溶解的淀粉质量 A , 称取离心后沉淀物质量为膨胀淀粉质量 P , 计算水溶指数和膨胀度。公式如下^[7-8]

$$\text{水溶指数} / \% = \frac{A}{W} \times 100 \quad (1)$$

$$\text{膨胀度} / (\text{g} \cdot \text{g}^{-1}) = \frac{P}{W(100 - S)} \times 100 \quad (2)$$

式中: A —上清液烘干恒重后的质量/g; W —绝干样品质量/g; P —离心后沉淀物质量/g。

1.2.3 透光率的测定

称取 0.5 g 绿豆淀粉, 配成质量分数为 1% 的淀粉乳, 沸水浴糊化 30 min。每水浴 5 min 磁力搅拌 1~2 min。冷却至室温, 650 nm 波长下测定吸光度, 平行 3 次, 计算淀粉糊的透光率^[9]。

$$\text{透光率} / \% = 10^{2 - \text{吸光度}} \quad (3)$$

1.2.4 糊化特性的测定

按照 GB/T 24853-2010 的方法, 利用快速黏度分析仪(RVA)测定绿豆淀粉的糊化特性^[10]。根据样品的水分含量, 得所需淀粉样品质量和去离子水量^[11, 12]。

1.2.5 差示量热扫描(DSC)分析

称取 5 mg 淀粉样品于铝制密封坩埚中, 加入 15 μL 去离子水, 室温下平衡均湿。升温速率为 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$, 升温温度为 10~99 $^{\circ}\text{C}$, 记录升温过程的 DSC 曲线。保护气为氮气, 流速为 60 mL/min。同时记录起始温度(T_0)、峰值温度(T_p)、终止温度(T_c)和胶凝焓变(ΔH)。

1.2.6 X-射线衍射分析

采用 X-衍射仪测定结晶特性。测试条件: 特征射线 $\text{CuK}\alpha$, 管压为 40 kV, 电流 100 mA, 扫描速率为 4 $^{\circ}/\text{min}$, 测量角度 $2\theta = 0^{\circ} \sim 40^{\circ}$, 步长为 0.02 $^{\circ}$, 发散狭缝为 1 $^{\circ}$, 防发散狭缝为 1 $^{\circ}$, 接收狭缝为 0.16 mm^[7, 13]。

1.2.7 扫描电镜观察

试样经 40 $^{\circ}\text{C}$ 干燥 12 h, 均匀涂在模具上, 离子溅射喷涂铂金后, 采用扫描电镜进行观察。

1.2.8 偏光显微镜观察

将样品配成 1% 淀粉乳置于载玻片上, 盖上盖玻片后于光学显微镜下观察, 记录淀粉在偏振光源下的形貌特征。

1.2.9 激光共聚焦显微镜(CLSM)分析

取 10 mg 样品与新鲜配制的 15 μL 10 mmol/L APTS(醋酸为溶剂)及 15 μL 1 mol/L 氰基硼氢化钠混合, 于 30 $^{\circ}\text{C}$ 反应 15 h, 用 1 mL 去离子水清洗 5 次,

将淀粉颗粒悬浮于 100 μL 50% 甘油、水混合液中, 取一滴悬浮液于 CLSM 观察, 得到 CLSM 和 DIC 图^[14]。

1.2.10 淀粉颗粒粒径分析

采用 LS-POF 激光粒度分析仪测定淀粉的粒径分布。将绿豆淀粉悬浮于去离子水中, 将待测液倒入样品池中超声波分散 20 s 后测定。根据激光衍射法进行自动分析, 得粒径分布图和平均粒径数据, 每个样品重复 4 次。

1.2.11 热稳定性(thermogravimetric analyzer, TGA)分析

采用 TA-60 热重分析仪测定样品的热稳定性, 测试条件: 试样质量 5 mg, 升温速率 25 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$, 温度范围 30~500 $^{\circ}\text{C}$, N_2 为保护气。

1.2.12 红外光谱扫描

称取 1 mg 样品于玛瑙研钵中, 加入 150 mg 溴化钾粉末, 于红外灯下研磨均匀, 装入压片模具中抽真空压制成薄片。采用傅立叶红外光谱仪对淀粉样品进行扫描和测定, 波长范围为 400~4 000 cm^{-1} , 扫描次数为 32, 分辨率为 4 cm^{-1} 。

1.2.13 数据处理

试验数据重复 3 次, 采用 Excel、Origin 8.5 软件进行数据处理。

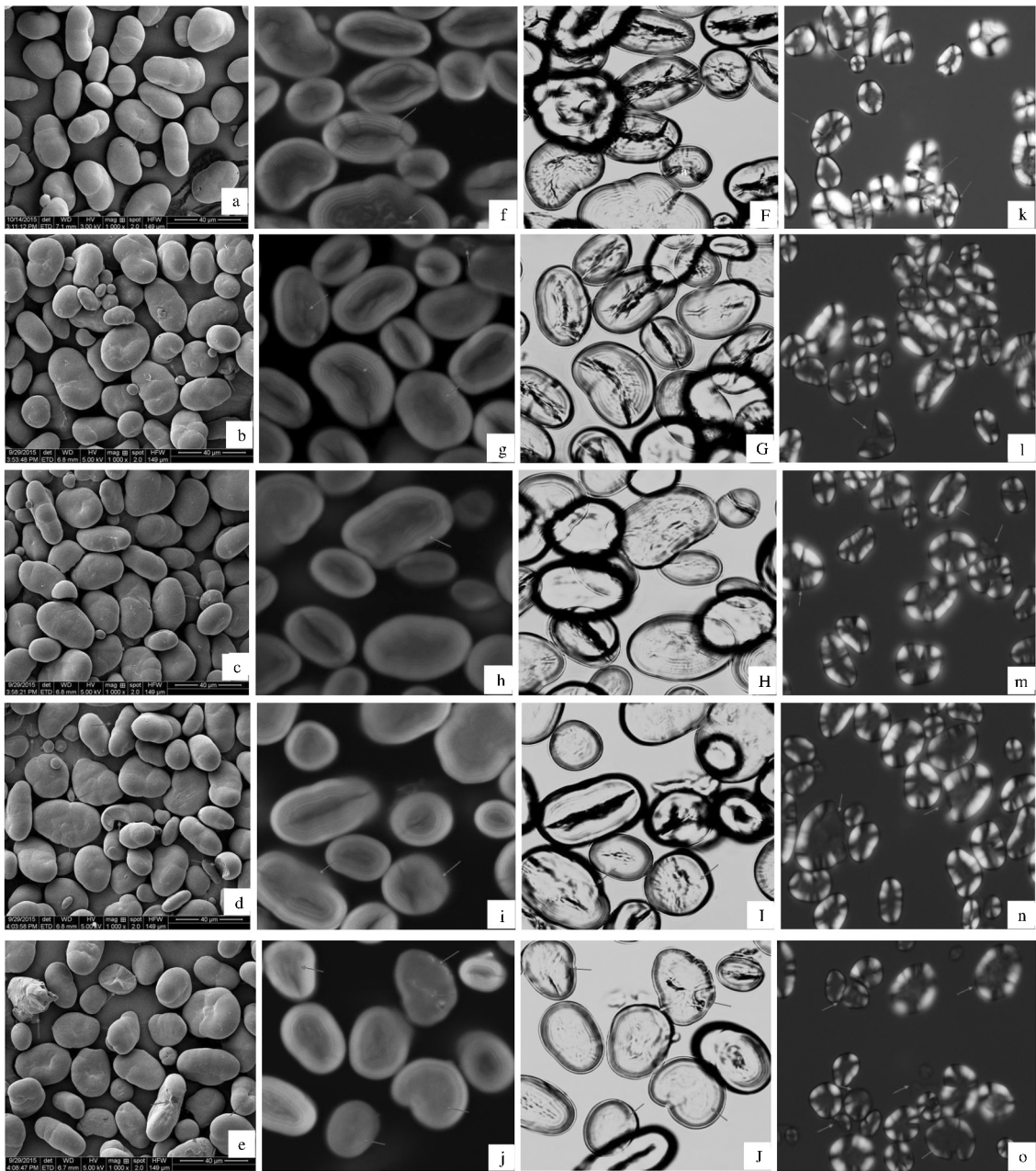
2 结果与分析

2.1 高压均质对绿豆淀粉颗粒形貌学影响

采用扫描电子显微镜对绿豆淀粉颗粒形态观察结果见图 1a~图 1e。由图 1a~图 1e 可知, 绿豆淀粉颗粒大小差异明显, 较大颗粒多为椭圆形或肾形, 小颗粒成圆球形, 且表面完整光滑但垂直于长轴方向有折痕结构^[15]。由图 1b~图 1e 可看出, 均质 1~3 次处理后, 淀粉表面出现破损, 并产生碎屑, 可见高压均质对绿豆淀粉产生很强机械力作用。由图 1d 可知, 当均质 5 次时颗粒表面球状凸起数量显著增多, 可见部分淀粉颗粒内部发生了聚集。而均质 7 次处理时部分淀粉颗粒呈现明显破裂瓦解(见图 1e), 可见部分淀粉颗粒刚性结构已受到破坏。

2.2 高压均质对绿豆淀粉颗粒内部微观结构的影响

淀粉颗粒是由结晶区和无定形区交替组成的多晶体系。结晶区主要由支链淀粉构成, 形成淀粉颗粒的紧密区; 无定形区主要由直链淀粉构成, 形成淀粉颗粒的稀疏层^[7]。APTS 染色剂与淀粉还原基末端反应使其呈现荧光特征, 相同分子量条件下, 直链淀粉具有更多还原末端, 所以荧光强度较强^[14]。



a f F k 为绿豆原淀粉; b g G l 为 100 MPa 均质 1 次处理; c h H m 为 100 MPa 均质 3 次处理; d i I n 为 100 MPa 均质 5 次处理; e j J o 为 100 MPa 均质 7 次处理。a、b、c、d、e 为 SEM; f、g、h、i、j 为 CLSM 染色图; F、G、H、I、J 为激光共聚焦 DIC 图; k、l、m、n、o 为 PLM

图 1 高压均质后绿豆淀粉颗粒 SEM(×1 000)、CLSM(×1 600)、PLM(×400)

Fig. 1 SEM (×1 000), CLSM (×1 600) and PLM (×400) of mung bean starch modified by different homogenization conditions

CLSM 可观察淀粉颗粒内部微观结构,其结果见图 1f~图 1j (F~J)。由图 1f~图 1j (F~J) 可看到绿豆淀粉“elongated hilum region”、轮纹和孔道结构,其中“elongated hilum region”结构主要由无定形区构成,而轮纹为结晶层与无定形区交替形成的生长环结构^[16]。从图 1f 可看出,绿豆原淀粉部分颗粒“elongated hilum region”荧光强度较大,而孔道亮度较低。

从图 1g~图 1h 可看出,均质 1~3 次时“elongated hilum region”和空腔面积减小且荧光强度减弱,可见高压均质处理首先破坏了“elongated hilum region”处无定形区,且结合 DIC 图可推断机械力作用下无定形结构将空腔填充。由图 1i 可知,均质 5 次时部分淀粉颗粒生长环已破坏,且颗粒内部出现一些微粒状结构,结合图 1d 可进一步证实该阶段淀粉颗粒内部发

生了聚集形成一些类似球状“aggregation”结构,导致淀粉颗粒表面球状凸起数量显著增多;同时由于“aggregation”结构排列不紧密颗粒内部又出现新的空腔结构。而均质7次时轮纹结构破坏显著,部分颗粒荧光区域分布于整个淀粉颗粒(见图1j),同时由图1J(DIC图)可看出部分淀粉颗粒直链淀粉穿插于颗粒内部,且内部结构分布更均匀。

2.3 高压均质对绿豆淀粉颗粒偏光十字的影响

淀粉由结晶区和非结晶区组成,结晶区淀粉分子链呈有序排列,而非结晶区淀粉分子链呈无序排列,因两者密度和折射率存在差别而产生各向异性现象,从而形成偏光十字,该双折射现象的强度取决于颗粒的大小以及结晶度和微晶取向,结晶结构发生变化时偏光十字将受到影响^[17]。

由图1k~图1o可看出,绿豆原淀粉颗粒偏光十字较为明显,大部分颗粒呈X状,且存在假复粒现象,只有少数小颗粒淀粉偏光十字位于中心部位^[16,18]。随着均质次数的增加,十字交叉点清晰度明显下降。当均质5次时大颗粒结构已存在破坏现象,偏光十字交叉点明显增大,说明该阶段晶体结构开始破坏,从而导致淀粉颗粒生长环破坏(见图1l)。均质7次时多数淀粉颗粒破裂,十字交叉点已基本消失,说明该阶段机械均质作用下晶体有序结构破坏显著。

2.4 高压均质对绿豆淀粉晶体结构的影响

图2为绿豆淀粉X-射线衍射图。由图2可知,绿豆原淀粉在5.73°、15.3°、17.3°和23.5°出现较强衍射峰,在18.3°处略呈现衍射峰,为典型的C型晶体结构^[19]。经均质1~5次后,5.73°处衍射峰变为弥散峰,17.3°处峰高减小,且18.3°处衍射峰消失,结晶度由原淀粉26.4%下降为20.9%,可见高压均质对部分双螺旋结构有显著破坏作用^[20]。当均质7次时,结晶度又增大至22.8%,结合图1j(J)部分轮纹结构显著破坏,内部趋于均匀可说明,该阶段淀粉颗粒内部破坏的晶体结构与无定形区发生相互作用,使淀粉颗粒内部发生重排团聚导致结晶度增大^[7]。

2.5 高压均质对绿豆淀粉颗粒粒径分布的影响

由图3可知,均质3~5次后峰高增大,表明均质后淀粉颗粒先呈现为部分稍大颗粒比例增多,可见有序结构的破坏可导致淀粉颗粒疏松,粒径增大^[21]。均质7次后粒径分布曲线显著右移,说明颗粒粒径整体增大,可见该阶段淀粉颗粒结晶度虽增大(见图2),但结构较疏松。

2.6 高压均质对绿豆淀粉糊化特性影响

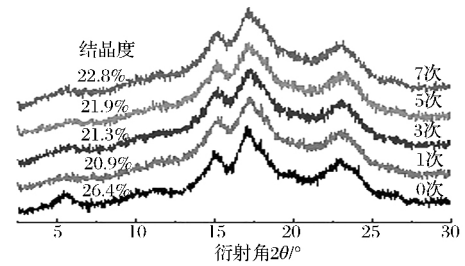


图2 高压均质处理绿豆淀粉颗粒的X射线衍射图
Fig. 2 XRD of mung bean starch modified by different homogenization conditions

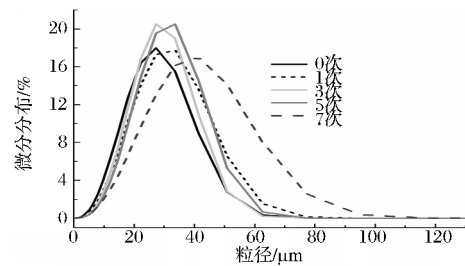


图3 高压均质对绿豆淀粉粒径分布的影响
Fig. 3 Effect of homogenization on particle size distribution of mung bean starch

RVA测定淀粉从吸水溶胀到颗粒结构受剪切力作用破坏,淀粉分子浸出的过程。淀粉吸水糊化后,膨胀的淀粉颗粒容易在热或搅拌作用下崩解成更小的不规则颗粒结构,该结构被称为“ghost”结构^[22]。经不同均质条件处理后糊化特性结果见图4。由图4可知,黏度特征值均呈下降趋势,当均质次数增加至7次时变化最显著,峰值黏度和谷值黏度分别由原淀粉的3108 mPa·s、2077 mPa·s下降为2756 mPa·s、1847 mPa·s,说明均质后淀粉颗粒结构破坏,无定形区稳定性下降,分子间及分子内结合变得疏松,导致峰值黏度呈下降趋势^[18,23]。此外淀粉聚集导致形成的“ghost”结构体积较小,所以谷值黏度、终值黏度均呈现下降趋势(见图4)^[22]。

2.7 高压均质对绿豆淀粉热力学特性的影响

淀粉颗粒受热吸水膨胀,分子间及分子内氢键断裂,淀粉发生从多晶态变为非晶态及由颗粒变为糊化态的双重物态转化,因此呈现吸热峰^[13]。热焓值为糊化过程双螺旋解开所需吸收的能量,其反应淀粉颗粒结构的紧密程度^[24]。由图5可知,绿豆原淀粉的糊化峰值温度为67.2℃,热焓为9.021 J/g;均质1~3次时糊化焓降低为6.471 J/g;当均质5次时糊化峰左移,峰值温度降低至66.1℃,与均质1~3次相比,

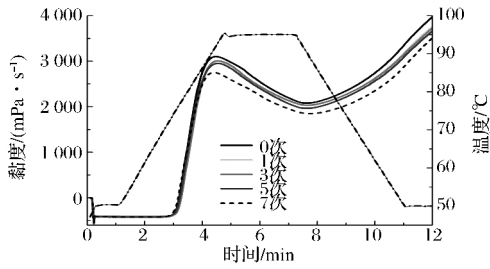


图4 高压均质对绿豆淀粉糊化特性的影响
Fig. 4 Effect of homogenization on pasting properties of mung bean starch

峰面积显著增大,说明该阶段热焓增大,即溶解淀粉内部双螺旋结构需要的能量增多,可见该阶段淀粉颗粒无定形区破坏严重,但淀粉颗粒内部结构聚集(见图1d,1l)导致双螺旋结构更紧密^[24]。而均质7次后糊化温度又有所增大,同时糊化焓显著减小至6.017 J/g,可见与5次相比,该阶段无定形区相对稳定,而双螺旋结构变得疏松,结合图1o可说明此阶段晶体结构破坏最显著,且破坏的晶体结构转化为无定形区。

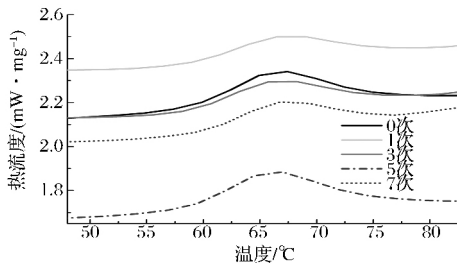


图5 高压均质对绿豆淀粉热力学特性的影响
Fig. 5 Effect of homogenization on thermal characteristics of mung bean starch

2.8 高压均质对绿豆淀粉水溶指数和膨胀度的影响

水溶指数和膨胀度反映淀粉颗粒内部结晶区与非结晶区之间的相互作用、结晶区氢键的强弱以及非结晶区淀粉分子之间的相互作用^[18]。

由图6可知,均质1~3次处理,膨胀度增大,为10.30 g/g,说明该阶段主要是无定形区破坏,使淀粉易吸水膨胀^[8];均质5次时,淀粉颗粒内部开始聚集(见图1d,1l),无定形区结构变得相对松散,而淀粉颗粒糊化反应是从中心“elongated hilum region”区域开始向外围扩散的过程^[14],故直链淀粉溶出量增大,膨胀度减小至3.41 g/g^[18];均质7次时,水溶指数下降为18.01%,膨胀度又显著上升至10.44 g/g,结合图1j(J),图2可进一步说明该阶段部分直链淀粉与破坏的结晶区支链淀粉发生相互作用,抑制了直链淀

粉的溶出。

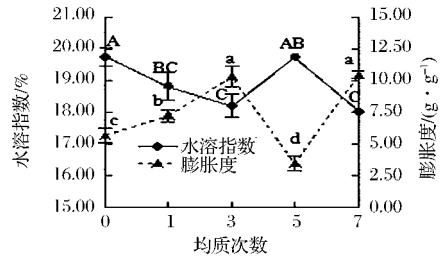


图6 高压均质对绿豆淀粉水溶指数和膨胀度的影响
Fig. 6 Effect of homogenization on solubility and expansion of mung bean starch

2.9 高压均质对绿豆淀粉透光率影响

由图7可知,均质处理后透光率整体呈现下降的趋势,均质7次时,达9.45%,这主要与绿豆淀粉无定形区、结晶区分子双螺旋结构依次破坏有关^[25]。当均质5次时,淀粉颗粒发生聚集(见图1d,图1l,图5),促进了淀粉无定形区与水分子结合,使淀粉乳对光的投射变大,从而导致透光率略有上升,达12.01%^[25];而均质7次时,透光率又下降至9.45%,其为颗粒内部分子发生重排的结果^[26]。

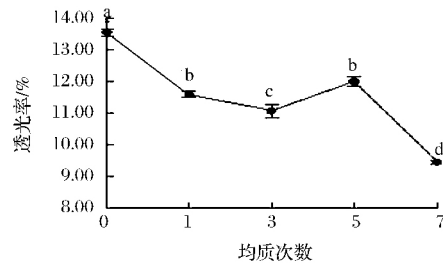


图7 高压均质对绿豆淀粉透光率的影响
Fig. 7 Effect of homogenization on transparency of mung bean starch

2.10 高压均质对绿豆淀粉热稳定性的影响

由图8可看出,绿豆淀粉的TGA曲线主要有两个失重阶段,分别为60~150°C和280~350°C。前者与吸附水及挥发性组分的散失有关^[27];而后者与淀粉热解逸散有关^[28-29]。在280~350°C,与原淀粉相比,均质7次失重温度范围明显缩小,失重温度降低(见图8),可见均质7次处理显著加速了淀粉热降解;由热失重速率(derivative thermogravimetric analyzer, DTG)曲线图还可知,最大失重速率峰位置虽未改变,但失重速率明显增大,尤其均质7次处理,说明该阶段结晶结构明显受到破坏^[29],其与CLSM、PLM结果一致。

2.11 高压均质对绿豆淀粉红外吸收光谱的影响

由图9可知,淀粉在3400、2930、1660、1160、

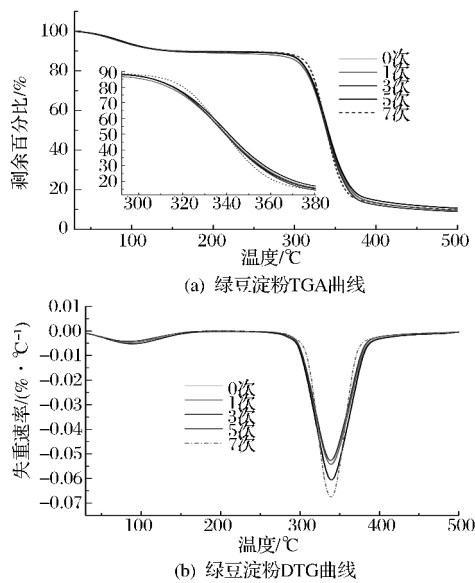


图8 均质处理绿豆淀粉的 TGA 和 DTG 曲线图
Fig. 8 TGA and DTG diagrams of mung bean starch modified by different homogenization conditions

930 cm^{-1} 处具有较强的吸收谱带,其中 2 930 cm^{-1} 是氢键缔合伸缩振动吸收峰。文献认为 1 162 cm^{-1} 处红外吸收与淀粉结晶结构有关,而 1 000 cm^{-1} 处吸收与淀粉无定形区结构有关^[30]。由图 9 可知,均质处理后未出现新的吸收峰,各特征基团的吸收峰位置未发生变化,说明均质处理后淀粉主体结构未发生化学变化,只是影响了无定形区、结晶区等物理结构。

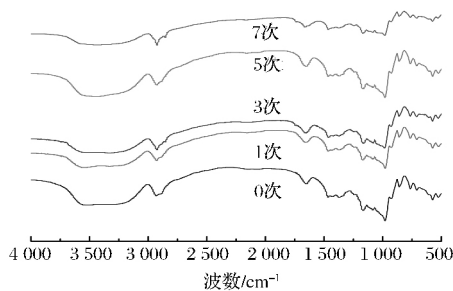


图9 高压均质对红外光谱图的影响
Fig. 9 Effect of homogenization on FT-IR of mung bean starch

3 结论

研究表明,高压均质对绿豆淀粉产生了显著机械力化学效应:绿豆淀粉颗粒刚性很强,但由于绿豆淀粉颗粒内部“elongated hilum region”结构疏松且存在孔道结构,经高压均质处理 1~3 次后淀粉颗粒首先表现为孔道模糊(受力阶段);当均质 5 次时无定形区和部分结晶区破坏,同时淀粉颗粒内部破坏的

无定形区和结晶区聚集成一些小的类似球状“aggregation”刚性结构,使颗粒表面球状凸起增多(聚集阶段);而高压均质 7 次时,由于淀粉结晶结构刚性破坏导致“aggregation”结构破坏,同时结晶区支链淀粉与部分直链淀粉团聚导致颗粒内部结构变得均匀,生长环破坏(团聚阶段)。由于高压均质处理破坏了绿豆淀粉颗粒结构,所以该机械力作用对淀粉理化性质产生显著影响。

参 考 文 献

- [1] 荣华伟,方莹. 机械力化学研究进展[J]. 广东化工, 2006, 33(10): 33-36.
- [2] SARANU S, SELVE S, KAISER U, et al. Effect of large mechanical stress on the magnetic properties of embedded Fe nanoparticles[J]. Beilstein Journal of Nanotechnology, 2011, 2(2): 268-75.
- [3] POLIKARPOV E, XIE Wei, CHOI J P, et al. Effect of ball milling and heat treatment process on MnBi powders magnetic properties[J]. Journal of Alloys & Compounds, 2016, 680: 1-5.
- [4] KONDO K, KIDO K, NIWA T. Spheronization mechanism of pharmaceutical material crystals processed by extremely high shearing force using a mechanical powder processor[J]. European Journal of Pharmaceutics & Biopharmaceutics, 2016, 107: 7-15.
- [5] 刘斌,张媛,冯涛,等. 混合液态载体对高压射流均质玉米淀粉颗粒微细化的影响[J]. 食品科学, 2013, 34(17): 78-81.
- [6] JIRARAT A, JITRANUT L. Effects of dry-milling and wet-milling on chemical, physical and gelatinization properties of rice flour[J]. Rice Science, 2016, 23: 274-281.
- [7] SUKHIJA S, SINGH S, RIAR C S. Physicochemical, crystalline, morphological, pasting and thermal properties of modified lotus rhizome (Nelumbo nucifera) starch[J]. Food Hydrocolloids, 2016, 60: 50-58.
- [8] ABEGUNDE O K, MU Tai-hua, CHEN Jing-wang, et al. Physicochemical characterization of sweet potato starches popularly used in Chinese starch industry[J]. Food Hydrocolloids, 2013, 33(2): 169-177.
- [9] 涂宗财,余莉,尹月斌,等. 动态高压微射流对马铃薯直链淀粉性质和结构的影响[J]. 食品与发酵工业, 2014, 40(3): 46-51.
- [10] 国家粮食局科学研究院. GB/T 24853—2010 小麦、黑麦及其粉类和淀粉糊化特性测定,快速黏度仪法[S]. 北京: 中国标准出版社, 2010.
- [11] GERITS L R, PAREYT B, DELCOUR J A. Wheat starch swelling, gelatinization and pasting: Effects of enzymatic modification of wheat endogenous lipids[J]. LWT-Food

- Science and Technology ,2015 ,63(1) :361 – 366.
- [12] TONG Chuan , CHEN Ya-ling , TANG Fu-fu , et al. Genetic diversity of amylose content and RVA pasting parameters in 20 rice accessions grown in Hainan , China [J]. Food Chemistry ,2014 ,161(11) :239 – 245.
- [13] WARREN F J , GIDLEY M J , FLANAGAN B M. Infra-red spectroscopy as a tool to characterise starch ordered structure—a joint FTIR-ATR , NMR , XRD and DSC study [J]. Carbohydrate Polymers ,2016 ,139: 35 – 42.
- [14] 陈佩. 不同链/支比玉米淀粉的形态及其在有/无剪切力下糊化的研究[D]. 广州: 华南理工大学, 2010: 79 – 80.
- [15] 王绍清, 王琳琳, 范文浩, 等. 扫描电镜法分析常见可食用淀粉颗粒的超微形貌[J]. 食品科学, 2011 , 32(15) :74 – 79.
- [16] AMBIGAIPALAN P , HOOVER R , DONNER E , et al. Structure of faba bean , black bean and pinto bean starches at different levels of granule organization and their physicochemical properties [J]. Food Research International ,2011 ,44(9) :2 962 – 2 974.
- [17] 张斌, 罗发兴, 黄强, 等. 不同直链含量玉米淀粉结晶结构及其消化性研究[J]. 食品与发酵工业, 2010 , 36(8) :26 – 30.
- [18] 李文浩, 谭斌, 刘宏, 等. 我国9个品种绿豆淀粉的理化特性研究[J]. 中国食品学报, 2013 ,13(4) :58 – 64.
- [19] LI Wen-hao , TIAN Xiao-lin , LIU Li-pin , et al. High pressure induced gelatinization of red adzuki bean starch and its effects on starch physicochemical and structural properties [J]. Food Hydrocolloids , 2015 , 45: 132 – 139.
- [20] 刘培玲, 沈群, 胡小松, 等. X射线衍射法研究不同类型淀粉高静压处理后晶体结构的变化[J]. 光谱学与光谱分析, 2012 ,32(9) :2 579 – 2 582.
- [21] QIN Yang , LIU Cheng-zhen , JIANG Sui-sui , et al. Characterization of starch nanoparticles prepared by nano-precipitation: Influence of amylose content and starch type [J]. Industrial Crops & Products ,2016 ,87: 182 – 190.
- [22] CARRILLO-NAVAS H , ROSA A , GOMEZ-LURIA D , et al. Impact of ghosts on the viscoelastic response of gelatinized corn starch dispersions subjected to small strain deformations [J]. Carbohydrate Polymers ,2014 ,110(38) :156 – 162.
- [23] LIU Cheng-mei , LIANG Rui-hong , DAI Tao-tao , et al. Effect of dynamic high pressure microfluidization modified insoluble dietary fiber on gelatinization and rheology of rice starch [J]. Food Hydrocolloids ,2016 ,57: 55 – 61.
- [24] 隋学斌. 低温糊化淀粉胶粘剂的制备及其理化性能的研究[D]. 北京: 北京化工大学, 2011: 18 – 34.
- [25] LI Wen-hao , GAO Jin-mei , WU Gui-ling , et al. Physicochemical and structural properties of A- and B-starch isolated from normal and waxy wheat: Effects of lipids removal [J]. Food Hydrocolloids ,2016 ,60: 364 – 373.
- [26] 雷欣欣, 张本山. 羟丙基辛烯基复合改性蜡质玉米淀粉的性质[J]. 食品与发酵工业, 2013 ,39(8) :83 – 88.
- [27] 石海信, 方丽萍, 王爱荣, 等. 微波辐射下木薯淀粉结构与性质的变化[J]. 食品科学, 2015 ,36(3) :68 – 74.
- [28] SZYMONSKA J , MOLEND A , WIECZOREK J. Study of quantitative interactions of potato and corn starch granules with ions in diluted solutions of heavy metal salts [J]. Carbohydrate Polymers ,2015 ,134: 102 – 109.
- [29] LIU Jun , WANG Xing-chi , WEN Fan-ting , et al. Morphology , structural and physicochemical properties of starch from the root of *Cynanchum auriculatum* , Royle ex Wight [J]. International Journal of Biological Macromolecules ,2016 ,93: 107 – 116.
- [30] WANI I A , JABEEN M , GEELANI H , et al. Effect of gamma irradiation on physicochemical properties of Indian Horse Chestnut (*Aesculus indica* Colebr.) starch [J]. Food Hydrocolloids ,2014 ,35(1) :253 – 263.

High pressure homogenization on the effect of mung bean starch mechanochemistry properties

LI Gui-xiao , NIU Kai , HOU Han-xue , ZHANG Hui , DAI Yang-yong* , DONG Hai-zhou*

(College of Food Science and Engineering , Shandong Agricultural University , Tai'an 271018 , China)

ABSTRACT Mung bean was homogenized by 100MPa for once , three , five and seven times respectively. The microstructure and physicochemical properties of starch were then examined by scanning electron microscope (SEM) , confocal laser scanning microscopy (CLSM) , polarizing microscope (PLM) , X-ray diffraction (XRD) , rapid visco analyser (RVA) and differential scanning calorimetry (DSC) . The results showed that high pressure homogenization had significant mechano-chemical effects on the starch amorphous and crystalline regions , and starch granules were under aggregation and agglomeration stages.

Key words mung bean starch; mechanochemical effects; physicochemical properties; structure