

高压微射流对莲子淀粉—单甘酯复合物性质的影响

The effects of high-pressure microfluidization on the properties of lotus seed starch-glycerin monostearin complex

郑艺欣^{1,2} 郭泽镔^{1,2,3} 张怡^{1,2,3}

ZHENG Yi-xin^{1,2} GUO Ze-bin^{1,2,3} ZHANG Yi^{1,2,3}

郑宝东^{1,2,3} 曾绍校^{1,2,3} 曾红亮^{1,2,3}

ZHENG Bao-dong^{1,2,3} ZENG Shao-xiao^{1,2,3} ZENG Hong-liang^{1,2,3}

(1. 福建农林大学食品科学学院, 福建 福州 350002; 2. 福建省特种淀粉品质科学与加工

技术重点实验室, 福建 福州 350002; 3. 中爱国际合作食品物质学与结构设计研究中心, 福建 福州 350002)

(1. College of Food Science, Fujian Agriculture and Forestry University, Fuzhou, Fujian 350002, China;

2. Fujian Provincial Key Laboratory of Quality Science and Processing Technology in Special Starch,

Fujian Agriculture and Forestry University, Fuzhou, Fujian 350002, China; 3. China-Ireland

International Cooperation Centre for Food Material Science and Structure Design, Fujian Agriculture

and Forestry University, Fuzhou, Fujian 350002, China)

摘要:为考察不同高压微射流压力结合普鲁兰酶脱支处理对莲子淀粉—单甘酯复合物结构和淀粉组成的影响,分别通过直链淀粉含量、复合率、晶体结构、微观结构和淀粉组分含量的测定对其进行讨论分析。结果表明,适宜的微射流压力更有利于普鲁兰酶发挥脱支效应并促进莲子淀粉—单甘酯复合物的形成。80 MPa的微射流条件会促使淀粉复合物的晶体结构朝着高微晶态V₆₁-型方向发展,并且复合物的形成会抑制热效应造成淀粉凝胶化,相反过高的微射流化压力则会引起淀粉的不完全结晶以及复凝胶化现象的发生。另一方面,80 MPa的微射流条件下形成的V₆₁-型复合物,其组分中抗性淀粉比例显著高于其他样品组。

关键词:微射流; 莲子淀粉; 单甘酯; 结构; 淀粉组成

Abstract: In order to investigate the effects of microfluidization in

different pressure combined with pullulanase debranching treatment on the structural properties and starch composition of lotus seed starch-glycerin monostearin complex, the determination of amylose, complex index, crystal structure, microstructural morphology and starch composition were discussed and analyzed. The results showed that the appropriate microfluidization conditions were more conducive to exert the debranching of pullulanase and facilitate the formation of lotus seed starch-glycerin monostearin complex. 80 MPa of microfluidization condition contributed to the crystal structure of the starch complex developing in the direction of high-microcrystalline V₆₁-type, and the formation of the complexes would inhibit the gelatinization of starch caused by the thermal effect, while excessive microfluidization pressure would lead to the incomplete crystallization of starch and the phenomenon of re-gelatinization. On the other hand, the resistant starch proportion of V₆₁-type complex formed by microfluidization conditions of 80 MPa was significantly higher than that of other sample groups, which is of great significance for the development of new resistant starch.

Keywords: microfluidization; lotus seed starch; glycerin monostearin; structure; starch composition

基金项目:国家自然科学基金青年科学基金项目(编号:31701552);福建省高校领军人才资助计划项目(编号:660160190);福建省高等学校新世纪优秀人才支持计划资助(编号:KLA18058A);福建省自然科学基金杰出青年项目(编号:2019J06012)

作者简介:郑艺欣,男,福建农林大学在读硕士研究生。

通信作者:曾红亮(1986—),男,福建农林大学副教授,博士。

E-mail: zhlfst@fafu.edu.cn

收稿日期:2020-05-05

莲子(lotus seed)又名水芝丹,属睡莲科莲属,主要分布在福建、浙江、湖南、湖北、江西等地,是中国水生蔬菜

栽培中的特种宿根经济植物。莲子作为一种高级滋补食品,对人体延缓衰老、降低血糖和提高免疫力等有着良好的促进作用^[1]。莲子淀粉是莲子中的主要成分,在高温条件下具有易糊化,易返生等特点,严重制约了莲子淀粉产品的深加工应用和发展^[2]。

普鲁兰酶脱支处理是功能性食品改性中的常用手段,其功能体现在能最大限度地水解淀粉质中 α -1,6糖苷键的分支及链结构,以期产生更多的直链淀粉单螺旋体溶于体系,为进一步的深加工制备提供充分条件^[3]。但有研究^[4]指出单一的普鲁兰酶预改性对淀粉颗粒的脱支存在局限性,其主要归咎于天然淀粉结构的包闭性,使酶难以进入淀粉螺旋空腔内而被截留于颗粒表面。由此,Reddy等^[5]提出利用压热法和普鲁兰酶相结合的方法对淀粉进行预改性,结果发现联合预改性条件下的淀粉质溶液,其直链淀粉含量有显著的提升,并通过提高淀粉—脂质复合物的包合率,有效改善了淀粉质的理化特性。但目前关于非热处理与酶法的联合预改性的相关研究却鲜有报道。

高压微射流纳米均质技术是一种新兴的非热处理手段,具有短时高效的动态压力处理能力,被认为是淀粉改性过程中最安全且高效的方法^[6]。在处理过程中,高压液流在通过均质阀微小的间隙时会产生强烈的剪切、撞击和空穴效应,能在短时间内破坏连接淀粉链的共价键并打断支链淀粉簇分支结构,并在一定程度上协同淀粉改性。

试验拟研究高压微射流和普鲁兰酶的联合预改性对莲子淀粉—单甘酯复合物性质的影响,测定复合物的复合率和直链淀粉含量;采用X-射线衍射和场发射扫描电镜对莲子淀粉—单甘酯复合物的晶体结构和表面结构进行表征,揭示淀粉复合物结构特性的变化,并进一步探讨其对复合物中淀粉组成的影响,以期为高压微射流和普鲁兰酶的联合预改性及V-型抗性淀粉的制备提供理论依据和技术借鉴。

1 材料与方 法

1.1 材 料

新鲜冻莲:用于提取莲子淀粉(参照Zhang等^[7]的方法),绿田(福建)食品有限公司;

单硬脂酸甘油酯:广州市展帆化工有限公司;

普鲁兰酶: $>1\ 000\ \text{U}/\text{mg}$,中国邯郸河北吉杰生物科技有限公司;

α -淀粉酶: $>50\ \text{U}/\text{mg}$,美国Sigma公司;

葡萄糖淀粉酶: $>260\ \text{U}/\text{mg}$,美国Sigma公司;

直链淀粉/支链淀粉检测试剂盒:爱尔兰Megazyme公司。

1.2 试 验 仪 器

微射流纳米均质机:SPCH-EP-IC-16-30型,英国

Stansted公司;

冷冻干燥机:VD-250R型,北京安捷来勒科技有限公司;

紫外—可见分光光度计:T6新世纪型,北京普析仪器公司;

X-射线衍射仪:X-Pert Pro MPD X型,荷兰Philips公司;

场发射扫描电镜:JSM-6360LV型,日本电子株式会社。

1.3 试 验 方 法

1.3.1 样品制备 称取15 g脱脂莲子淀粉于250 mL烧杯中,配置成质量分数6%的莲子淀粉悬浮液。将淀粉悬浮液放置于50℃水浴条件下搅拌加热15 min,待悬浮液中颗粒溶分散后,放入高压微射流纳米机中均质,均质条件参照Zheng等^[8]的方法,分别在40,80,120 MPa下循环均质5次后取出,调节溶液pH(pH 5)和温度(60℃)后,加入普鲁兰酶酶解1 h。酶解完成后,加等量体积分数95%的乙醇中停止酶反应后,加入单甘脂(基于莲子淀粉干基的10%),并参照常丰丹^[9]关于水热凝胶法制备淀粉—脂质复合物,75℃水浴条件下磁力搅拌30 min后离心(4 500×g,10 min),并用体积分数50%的乙醇水溶液清洗5次以去除未复合的单甘酯后,进行冷冻干燥。干燥后的复合物样品粉碎过100目筛后,置于干燥皿中待用。作为对照,试验分别制备了经普鲁兰酶预改性和75℃热处理制备的莲子淀粉—单甘酯复合物、只经75℃热处理制备的莲子淀粉—单甘酯复合物和只经75℃热处理的天然脱脂莲子淀粉,各对照样品前处理均经50℃水浴条件下搅拌加热15 min处理。

样品编号:经75℃热处理制备的天然脱脂莲子淀粉标记为LS;经75℃热处理制备的莲子淀粉—单甘酯复合物标记为LSG;经普鲁兰酶预改性和75℃热处理制备的莲子淀粉—单甘酯复合物标记为LSG-P;在微射化压力40,80,120 MPa下均质后经普鲁兰酶联合预改性制备的莲子淀粉—单甘酯复合物分别标记为LSG-P-M40,LSG-P-M80,LSG-P-M120。

1.3.2 直链淀粉测定 根据Zheng等^[10]的方法,称取20 mg复合前淀粉样品粉末与1 mL DMSO溶液混合置于烧杯,用沸水浴加热15 min后取出,加入体积分数95%的乙醇溶液混合离心(2 000×g,5 min),用2 mL DMSO溶液继续溶解沉积颗粒,并在沸水浴中加热15 min。水浴加热结束后,使用Concanavalin A solvent将淀粉样品中的支链淀粉析出,再用D-葡萄糖(葡萄糖氧化酶/过氧化物酶)检测试剂盒测定分析淀粉样品中的直链淀粉含量。

1.3.3 复合率测定 根据Zheng等^[8]的方法,称取300 mg样品粉末均匀分散于5 mL蒸馏水中,并经沸水

浴加热 15 min 后冷却至室温。冷却的复合物溶液经离心 (5 000×g, 10 min) 后, 取 50 μL 的上清液与 4 mL 稀碘液 (质量分数 0.1% 碘单质和质量分数 2% 碘化钾) 混合显色, 采用紫外分光光度计测定淀粉样品 610 nm 处的吸光值, 并按式(1)计算复合率。

$$CI = \frac{ABS_{control} - ABS_{sample}}{ABS_{control}} \times 100\% \quad (1)$$

式中:

CI——复合率, %;

$ABS_{control}$ ——与测定样品相同处理条件下脱脂莲子淀粉的吸光值(不含单甘脂);

ABS_{sample} ——莲子淀粉—单甘脂复合物的吸光值。

1.3.4 X-射线衍射图谱测定 采用 D/MAX 2200PC X 衍射仪, 通过步进扫描法对淀粉样品粉末的晶体结构进行测定。测定参数为: 特征射线 Cu K α ($\lambda = 0.154\ 06\ \text{nm}$), 管压 40 kV, 电流 200 mA, 测定的衍射角度 $2\theta = 0^\circ \sim 65^\circ$, 扫描速率为 $5^\circ/\text{min}$ 。淀粉结晶区的区域划分参照张本山等^[11]的方法, 分别为微晶区(MR)、亚结晶区(SR)和无定型区(AR), 淀粉样品各晶区结晶度通过 Jade 5.0 软件进行拟合峰面积计算, 计算公式:

$$R_{MR} = \frac{I_a}{I_a + I_b + I_c} \times 100\% \quad (2)$$

$$R_{SR} = \frac{I_b}{I_a + I_b + I_c} \times 100\% \quad (3)$$

$$R_{AR} = \frac{I_c}{I_a + I_b + I_c} \times 100\% \quad (4)$$

式中:

R_{MR} ——微晶区占总晶区的比例, %;

R_{SR} ——亚结晶区占总晶区的比例, %;

R_{AR} ——无定型区占总晶区的比例, %;

I_a ——微晶区的区域面积;

I_b ——亚结晶区的区域面积;

I_c ——无定型区的区域面积。

1.3.5 场发射扫描电镜测定 将样品粉末均匀分散固定在导电胶金属平台上, 并用洗耳球吹去浮粉, 而后在低真空模式下喷涂薄金。涂金后的样品将转置于场发射扫描电子显微镜中以 20 kV 电子束进行扫描观察, 选取具有特征代表性的淀粉颗粒形貌照片并在 5 000× 的放大倍数下记录拍摄。

1.3.6 淀粉组分含量测定 参照 Zheng 等^[10]的方法, 并稍作修改如下: 称取 0.3 g 样品粉末均匀分散于 5 mL 蒸馏水中, 而后调整淀粉悬浮液的 pH 至 5.2, 并转承于 50 mL 离心管中。向离心管中加入 10 mL 淀粉酶混合液 (α -淀粉酶和葡萄糖淀粉酶), 并置于 37 °C 恒温水浴摇床中进行孵化(100 r/min)。在规定消化时间范围(30, 60, 90, 120, 150, 180 min)取出 2 mL 消化液, 并加入体积分数 95% 乙醇溶液来终止酶反应, 为防止消化液取出影响

底物浓度, 每根试管应独立对应一个消化时间。孵化结束后, 样液经离心 (6 570×g, 10 min) 后, 采用 DNS 法对上清液中的葡萄糖含量进行测定, 各样品中的淀粉组分比例可根据以下方程式计算:

$$R_{RDS} = 100\% \times \frac{G_{20\ \text{min}} - G_{0\ \text{min}}}{W_s} \times 0.9 \quad (5)$$

$$R_{SDS} = 100\% \times \frac{G_{120\ \text{min}} - G_{20\ \text{min}}}{W_s} \times 0.9 \quad (6)$$

$$R_{RS} = 100\% \times \frac{[W_s - (R_{RDS} + R_{SDS})]}{W_s} \times 0.9 \quad (7)$$

式中:

R_{RDS} ——淀粉组分中快消化淀粉比例, %;

R_{SDS} ——淀粉组分中慢消化淀粉比例, %;

R_{RS} ——淀粉组分中抗性淀粉比例, %;

$G_{0\ \text{min}}$ ——消化 0 min 时产生的葡萄糖含量;

$G_{20\ \text{min}}$ ——消化 20 min 时产生的葡萄糖含量;

$G_{120\ \text{min}}$ ——消化 120 min 时产生的葡萄糖含量;

W_s ——总淀粉质量。

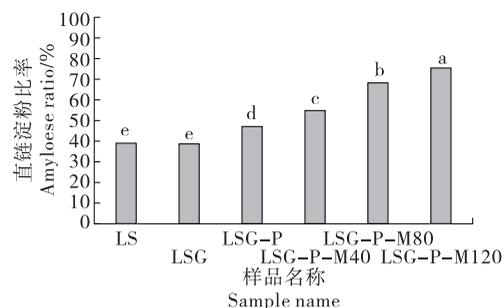
1.4 数据处理

每组试验数据均重复 3 次, $P < 0.05$ 被认为数据之间具有显著差异; 另外, 试验数据统计采用 DPS 9.50, 试验作图采用 Origin Pro 9.0。

2 结果与分析

2.1 高压微射流对莲子淀粉—单甘脂复合物直链淀粉含量的影响

不同微射化压力与酶脱支的联合预改性对莲子淀粉—单甘脂复合物直链淀粉含量的影响如图 1 所示。结果表明, 相比未经预处理的莲子淀粉样品, 单一的普鲁兰酶预改性对淀粉样品中直链淀粉比率的增加具有一定的促进作用, 但作用效果有限, 可能是由于天然莲子淀粉颗粒的包闭性, 阻碍了酶的进一步渗透和脱支^[4]。但随着微射化预改性的介入, 莲子淀粉的直链淀粉比率随微射化压力的增加而升高, 与 Chen 等^[12]的研究一致, 说明



小写字母不同代表在不同预改性处理下样品直链淀粉比率的显著性差异 ($P < 0.05$)

图 1 莲子淀粉—单甘脂复合物的直链淀粉比率

Figure 1 The amylose ratio of lotus seed starch-glycerin monostearin complex

微射化效应有效地破坏了莲子淀粉的颗粒结构,使脱支酶得以进入淀粉螺旋空腔内进行充分反应,并释放缠绕于支链淀粉簇状结构中的直链淀粉。

2.2 高压微射流对莲子淀粉—单甘酯复合物复合率含量的影响

不同微射化压力与酶脱支的联合预改性对莲子淀粉—单甘酯复合物复合率的影响如图 2 所示。结果表明,未经预改性的莲子淀粉—单甘酯复合物(LSG),其复合水平较低,仅为 $(27.26 \pm 2.44)\%$ 。相较下,LSG-P的复合率比其高出 12.33% ,这一结果证实了Liu等^[13]的研究,即脱支处理产生的更多的直链淀粉,会更有利于淀粉复合物的生成。同样,当莲子淀粉经高压微射流与酶脱支的联合改性后,复合率出现了进一步的升高,特别是当微射化压力达到 80 MPa 时,复合率高达 $(59.61 \pm 5.16)\%$,说明高压微射流效应对普鲁兰酶脱支效果的提升是可行有效的。但随着均质压力进一步升高至 120 MPa ,LSG-P-M120的复合率相比LSG-P-M80下降了 27.03% ,这一现象可能归咎于高强度的微射流效应在破坏支链淀粉簇状结构的同时,还会进一步剪切体系中的游离直链淀粉^[8]。有研究^[14]表明,过短直链淀粉会影响淀粉与脂质间的复合,因为脂质分子无法进入过小的淀粉螺旋空腔内与之发生螺旋组装。由此可见,微射化压力的选择对淀粉复合物的形成起着关键的调控作用。

2.3 高压微射流对莲子淀粉—单甘酯复合物晶体结构的影响

由图 3 观察发现,莲子淀粉在衍射角 (2θ) 15.02° , 17.15° , 17.96° , 20.03° , 22.76° , 23.98° 处出现强烈的衍射峰型,是莲子淀粉的C型特征晶体衍射图^[2]。随着单甘脂加入淀粉体系内,LSG在衍射角 7.1° , 12.5° , 20.3° 处出现了信号较弱的V型特征衍射峰型,表明此时有少部分的淀粉—脂质复合物生成^[12]。进一步观察发现,LSG衍射

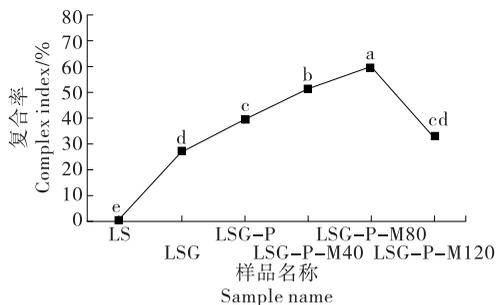


图 2 莲子淀粉—单甘酯复合物的复合率

Figure 2 The complex index of lotus seed starch-glycerin monostearin complex

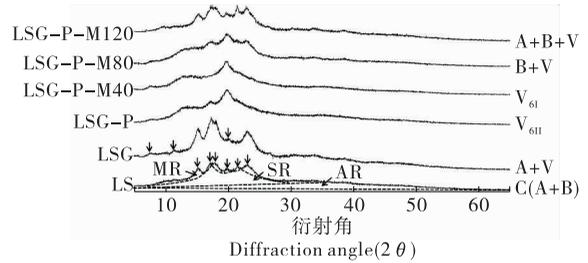


图 3 莲子淀粉—单甘酯复合物的晶区衍射

Figure 3 The crystalline diffraction of lotus seed starch-glycerin monostearin complex

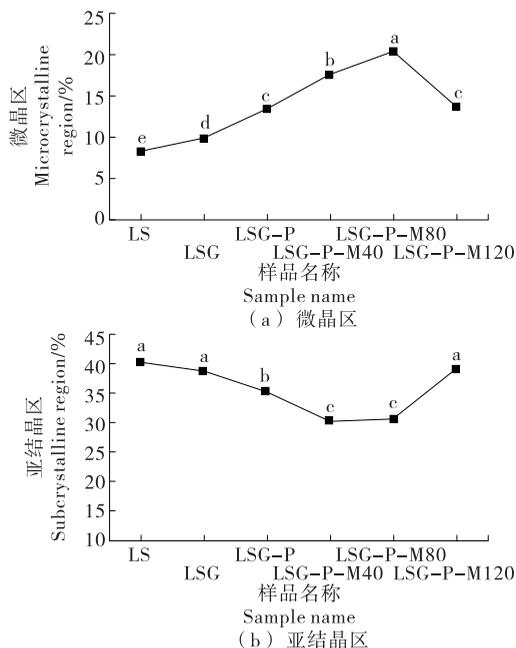
图谱中的A型晶体衍射强度相比LS要有一定程度的增强,相反B型晶体的特征衍射消失。He等^[15]的研究报道解释了这一现象,其认为C型淀粉结构中B型晶核位于淀粉粒的外周区或周围带,容易受到外界因素的干扰和破坏。并且,相比“稳固态六角形”的A型单斜晶格,B型“空心六边形”的晶格稳定性较差,致使脂质分子进入螺旋空腔后会首先利用较不稳定的B型晶核区域而形成新的单螺旋结构。然而,随着普鲁兰酶的介入,脱支效应促进了莲子淀粉与脂质间的复合,并刺激淀粉内部的A型晶格区域发生转化,形成较为稳定的 V_{61} -型晶体结构^[8],这可从LSG-P的衍射图谱中观察发现,即较强的V型晶态衍射以及微弱的A型晶态衍射。相较下,高压微射流和酶的联合处理对莲子淀粉—单甘酯复合物的形成要更具优势。从LSG-P-M40的图谱中发现,衍射角仅在 7.1° , 12.5° , 20.3° 处出现强烈的峰型衍射,表明淀粉复合物形成了 V_{61} -型的完全结晶态^[16]。另一方面,随着均质压力升高至 $80, 120\text{ MPa}$,衍射图谱中又再次出现B型的晶体衍射形态,可能是由于直链淀粉重结晶所致^[17],因为在高压微射流压力下的酶脱支所产生的直链淀粉数量多于单甘脂的复合需求,而其余的直链淀粉单螺旋会在回生过程中再次缔合,形成B型晶态的直链淀粉双螺旋。

此外,相比其他样品,LSG-P-M80的微晶区比例达到较高水平,为 $(20.37 \pm 0.68)\%$ [图 4(a)],结合上述表明淀粉微晶区的形成可能与V型复合物间存在重要关联。进一步观察发现,LSG-P-M120的微晶区比例大幅下降,而亚晶区比例却显著上升[图 4(b)],与Zheng等^[14]的研究结果相似,其指出过度的脱支可能会导致淀粉的结晶方向更倾向于不完全态的B型晶核,引起淀粉亚结晶区的比例升高。

2.4 高压微射流对莲子淀粉—单甘酯复合物颗粒微观形态的影响

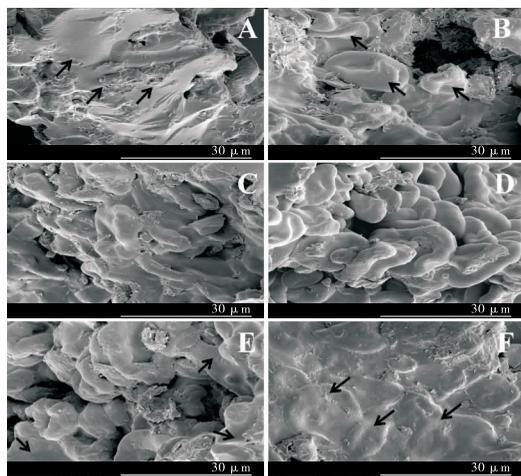
由图 5(a)观察发现,在 75°C 的单一热处理条件下天然脱脂莲子淀粉的颗粒表面变得光滑且疏松,显示出较大面积的团状聚集形态,这是莲子淀粉初步凝胶化的特征表现^[18]。当单甘脂加入淀粉体系后,淀粉图谱中开始

出现少许完整的凹陷颗粒且凝胶化现象减弱[图 5(b)], 特别当酶脱支[图 5(c)]或与低压微射流的联合预改性[图 5(d)]后, 莲子淀粉颗粒的微观轮廓开始逐渐清晰且凝胶化现象消失, 表明 V-型复合物的形成对淀粉的凝胶回生具有抑制作用。相比 LSG-P-M40, LSG-P-M80 的微观形貌图中再次出现了凝胶化现象[图 5(e)], 并且随着



小写字母不同代表在不同预改性处理下样品同晶区比例的显著性差异($P < 0.05$)

图 4 莲子淀粉—单甘脂复合物的晶区比例
Figure 4 The crystalline proportion of lotus seed starch-glycerin monostearin complex



A. LS B. LSG C. LSG-P D. LSG-P-M40 E. LSG-P-M80 F. LSG-P-M120

图 5 莲子淀粉—单甘脂复合物的微观结构

Figure 5 The microstructural morphology of lotus seed starch-glycerin monostearin complex

微射化压力升高至 120 MPa, 这一现象变得更为显著, 即大面积凝胶包裹着轮廓清晰的淀粉颗粒[图 5(f)]. Zheng 等^[14]在普鲁兰酶与超声波联合预改性的试验中也发现了类似现象, 其认为是由于过度脱支所导致许多未复合的游离直链淀粉发生重缔合排列, 形成的复凝胶化现象。

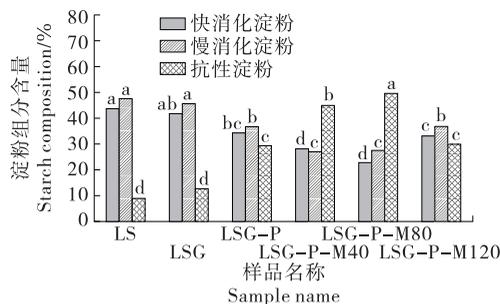
2.5 高压微射流对莲子淀粉—单甘脂复合物淀粉组分含量的影响

由图 6 可知, 相比 LS 和 LSG, 经普鲁兰酶预改性的 LSG-P 的抗性淀粉比例显著提升, 尤其当高压微射流介入(80 MPa)后, 淀粉复合物组分中的抗性淀粉比例高达 $(49.61 \pm 2.76)\%$, 说明 V-型复合物可作为抗性淀粉的新型制备来源。Chen 等^[19]在对莲子淀粉—单甘酯复合物片层结晶的研究结果指出, 复合物的形成会使淀粉颗粒的层呈更有序化的晶体形态, 并依靠这些片层微晶的生长提升淀粉的抗酶解能力。另有研究^[20]表明, V_{61} -型复合物的形成会导致淀粉颗粒表面形成一层不溶性的薄膜屏障, 这不仅会阻碍水分子进入淀粉颗粒, 也会抑制酶对淀粉的水解作用。

此外, 当微射流压力达到 120 MPa 时, 莲子淀粉—单甘脂复合物的抗性淀粉比例却出现大幅下降, 而慢消化淀粉比例上升。Wei 等^[21]通过对普鲁兰酶降解玉米蜡质淀粉的结构和体外消化率的研究中也发现了这个现象, 其认为直链淀粉的过度枝化可能更有利于淀粉无定型区和不完全晶体的形成, 即具有不完美双螺旋结构的 III-型抗性晶体, 因而增加了慢消化淀粉的比例, 也对应了 X-射线衍射测定结果中亚结晶区比例的升高。

3 结论

研究高压微射流和普鲁兰酶的联合预改性对莲子淀粉—单甘脂复合物结构和淀粉组成的影响。结果表明, 适宜的微射流压力(80 MPa)有利于普鲁兰酶脱支并释放更多的游离直链淀粉于淀粉体系内, 这对促进莲子淀粉



小写字母不同代表在不同预改性处理下样品同组分含量的显著性差异($P < 0.05$)

图 6 莲子淀粉—单甘脂复合物的淀粉组成

Figure 6 The starch composition of lotus seed starch-glycerin monostearin complex

和单甘酯复合有着良好的推动作用。并且通过进一步结构研究发现,80 MPa 的微射流预改性可促进高微晶态 V₆₁-型复合物的形成,并抑制莲子淀粉的凝胶化现象,维持淀粉颗粒结构的稳定性。进一步研究发现,80 MPa 的微射流条件下形成的 V₆₁-型复合物,其淀粉组分中具有较高的抗性淀粉比例,而随着压力进一步上升,淀粉组分中的抗性淀粉比例会下降而慢消化淀粉比例升高。这些结果表明高微晶含量及颗粒结构稳定性对提高淀粉抗消化性具有良好的促进作用,但关于微晶片层及分子双螺旋结构对淀粉消化特性的调控机制,有待进一步通过宏观、微观和介观等多尺度角度进行深入研究。

参考文献

- [1] ZHU Fan. Structures, properties, and applications of lotus starches[J]. *Food Hydrocolloids*, 2017, 63: 332-348.
- [2] GUO Ze-bin, ZENG Shao-xiao, LU Xu, et al. Structural and physicochemical properties of lotus seed starch treated with ultra-high pressure [J]. *Food Chemistry*, 2015, 186: 223-230.
- [3] MA Zhen, YIN Xiu-xiu, CHANG Dan-ni, et al. Long- and short-range structural characteristics of pea starch modified by autoclaving, α -amylolysis, and pullulanase debranching[J]. *International Journal of Biological Macromolecules*, 2018, 120: 650-656.
- [4] LU Zhan-hui, BELANGER N, DONNER E, et al. Debranching of pea starch using pullulanase and ultrasonication synergistically to enhance slowly digestible and resistant starch[J]. *Food Chemistry*, 2018, 268: 533-541.
- [5] REDDY C K, CHOI S M, LEE D J, et al. Complex formation between starch and stearic acid: Effect of enzymatic debranching for starch [J]. *Food Chemistry*, 2018, 244: 136-142.
- [6] PATRIGNANI F, SIROLI L, BRASCHI G, et al. Combined use of natural antimicrobial based nanoemulsions and ultra high pressure homogenization to increase safety and shelf-life of apple juice[J]. *Food Control*, 2020, 111: 107051.
- [7] ZHANG Yi, ZENG Hong-liang, WANG Ying, et al. Structural characteristics and crystalline properties of lotus seed resistant starch and its prebiotic effects[J]. *Food Chemistry*, 2014, 155: 311-318.
- [8] ZHENG Yi-xin, GUO Ze-bin, ZHENG Bao-dong, et al. Insight into the formation mechanism of lotus seed starch-lecithin complexes by dynamic high-pressure homogenization[J]. *Food Chemistry*, 2020, 315: 126245.
- [9] 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: 75-92.
- [10] ZHENG Ming-jing, LEI Su-zhen, WU Hong-qiang, et al. Effect of chitosan on the digestibility and molecular structural properties of lotus seed starch[J]. *Food and Chemical Toxicology*, 2019, 133: 110731.
- [11] 张本山, 张友全, 杨连生, 等. 淀粉多晶体系结晶度测定方法研究[J]. *华南理工大学学报*, 2001, 29(5): 56-59.
- [12] CHEN Bing-yan, GUO Ze-bin, MIAO Song, et al. Preparation and characterization of lotus seed starch-fatty acid complexes formed by microfluidization[J]. *Journal of Food Engineering*, 2018, 237: 52-59.
- [13] LIU Peng-fei, KANG Xue-min, CUI Bo, et al. Effects of amylose content and enzymatic debranching on the properties of maize starch-glycerol monolaurate complexes[J]. *Carbohydrate Polymers*, 2019, 222: 115000.
- [14] ZHENG Yi-xin, OU Yu-jia, ZHANG Yi, et al. Effects of pullulanase pretreatment on the structural properties and digestibility of lotus seed starch-glycerin monostearin complexes[J]. *Carbohydrate Polymers*, 2020, 240: 116324.
- [15] HE Wei, WEI Cun-xu. Progress in C-type starches from different plant sources[J]. *Food Hydrocolloids*, 2017, 73: 162-175.
- [16] 陈秉彦. 莲子淀粉-单甘酯复合物特性及结构研究[D]. 福州: 福建农林大学, 2018: 96-114.
- [17] ZENG Hong-liang, CHEN Pei-lin, CHEN Chuan-jie, et al. Structural properties and prebiotic activities of fractionated lotus seed resistant starches[J]. *Food Chemistry*, 2018, 251: 33-40.
- [18] 林鸳鸯. 莲子淀粉糊特性的研究与应用[D]. 福州: 福建农林大学, 2011: 19-32.
- [19] CHEN Bing-yan, JIA Xiang-ze, MIAO Song, et al. Slowly digestible properties of lotus seed starch-glycerine monostearin complexes formed by high pressure homogenization[J]. *Food Chemistry*, 2018, 252: 115-125.
- [20] ZHENG Yi-xin, OU Yu-jia, ZHANG Yi, et al. Physicochemical properties and in vitro digestibility of lotus seed starch-lecithin complexes prepared by dynamic high pressure homogenization[J]. *International Journal of Biological Macromolecules*, 2020, 156: 196-203.
- [21] WEI Liu, HONG Yan, GU Zheng-biao, et al. In structure and in-vitro digestibility of waxy corn starch debranched by pullulanase[J]. *Food Hydrocolloids*, 2017, 67: 104-110.