

不同生长期莲藕淀粉的凝胶特性、热重与核磁共振测定

宋哲¹, 汪兰², 何会¹, 谢碧秀¹, 谢笔均¹, 孙智达^{1,*}

(1. 华中农业大学食品科学技术学院, 湖北 武汉 430070; 2. 湖北省农业科学院, 湖北 武汉 430064)

摘 要: 对不同生长期的莲藕淀粉进行热重、莲藕及其淀粉凝胶的质构和莲藕淀粉的核磁共振的测定。结果表明: 不同生长期莲藕淀粉的热分解速率随着成熟度而加快; 随着莲藕成熟度的增加其破裂力与破裂能减少; 不同生长期莲藕淀粉凝胶特性和淀粉与水分子的相互作用均有所不同。

关键词: 不同生长期; 热重分析; 质构分析; 核磁共振

Thermal Gravimetric, Gel Texture and Water Mobility of Lotus Root Starch in Different Growth Periods

SONG Zhe¹, WANG Lan², HE Hui¹, XIE Bi-xiu¹, XIE Bi-jun¹, SUN Zhi-da^{1,*}

(1. College of Food Science and Technology, Huazhong Agricultural University, Wuhan 430070, China;

2. Hubei Academy of Agricultural Sciences, Wuhan 430064, China)

Abstract: Starch from lotus root with different growth periods were prepared, and their thermal characters, water mobility and gel forming capacity were compared. Thermal characters of the starch were analyzed using a thermal gravimetric analyzer (TGA), and the water mobility in the starch were determined according to the relaxation time T_2 in NMR analysis, while the texture of the starch gel was analyzed using a texture profile analyzer (TPA). Results showed that the thermal decomposition rate of lotus root starch increase with the growth periods of lotus root, while its rupture force and fracture energy decreased, and the gel property of lotus root starch differed, and water mobility in the starch were also different.

Key words: different growth periods; thermal gravimetric analysis (TGA); texture profile analysis (TPA); NMR

中图分类号: TS235.9

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2009)23-0105-05

莲藕(*Nelumbo nucifera* Gaertn)为睡莲科多年生植物, 原产亚洲南部热带沼泽地区, 我国的栽培已有 3000 多年历史^[1], 现全国各地都有栽培。湖北省气候温和、雨量充沛, 河流湖泊众多, 素称“千湖之省”, 莲藕生产条件得天独厚。在莲藕新品种选育、栽培利用等方面, 湖北都有独特优势和特点^[2]。

国内外对淀粉的热重、凝胶特性和核磁共振有一定的研究^[3-4], 但对莲藕淀粉这几个方面的研究较少, 本实验测定 3 个不同生长期莲藕淀粉的热重、凝胶特性及淀粉与水的相互作用, 研究不同生长期莲藕淀粉热重、凝胶特性与莲藕成熟度的关系; 核磁共振主要研究莲藕淀粉与水分子间的相互作用。

1 材料与方法

1.1 材料、试剂与仪器

收稿日期: 2009-01-04

基金项目: “十一五” 国家科技支撑计划项目(2006BAD27B09-4)

作者简介: 宋哲(1981—), 男, 硕士研究生, 研究方向为食品科学。E-mail: songzheliujiaqun@163.com

* 通讯作者: 孙智达(1963—), 男, 教授, 博士, 研究方向为食品科学。E-mail: sunzhida@mail.hzau.edu.cn

鄂莲 5 号是以晚熟品种鄂莲 2 号为母本, 与早熟品种武莲 1 号杂交育成的中早熟莲藕品种。该品种露地栽培一般可在 8 月中旬开始挖青荷藕, 10 月底停止生长, 但一直可以挖到次年的 2 月, 后把节(藕大腿)不退化^[5]。水提取生长期为 8 月 14 日(莲藕 1)、9 月 24 日(莲藕 2)、11 月 7 日(莲藕 3)的莲藕淀粉。

TG209C 热重分析仪(TGA) 德国耐驰仪器制造公司; 物性测试仪 TA-XT2i 英国 SMS 公司; 电子天平上海科教仪器厂; DF-101S 型恒温磁力搅拌器 郑州长城科工贸有限公司; SHA-C 恒温水浴振荡器 国华仪器厂; 0.3T HYOMINGMR2 IMAGING 核磁共振成像系统(配内径为 15.6cm 的射频线圈) 宁波健信机械有限公司; UNITY INOVA 600M 核磁共振仪 美国瓦里安公司。

1.2 方法

1.2.1 样品预处理

新鲜莲藕去皮切块,用1% NaCl的水溶液浸泡30min,经粉碎机粉碎后胶体磨打浆,匀浆反复几次加水离心,倾去上清液,沉淀的淀粉40℃烘干即得粗淀粉。粗淀粉用石油醚在索氏抽提器中抽提脱脂,用1%NaCl洗3次,然后用0.01mol/L NaOH洗一次脱蛋白,蒸馏水洗3次后40℃烘干得纯淀粉^[6]。

1.2.2 不同生长期的莲藕淀粉热重分析

称取试样量为7mg左右,置于铂金皿中, N_2 流速为20ml/min。采用热重分析(thermal gravimetric analysis, TGA)分别以5、10、15和20℃/min的速率升温,扫描范围从25~700℃,测定各莲藕淀粉的热分解曲线(图1)^[7]。

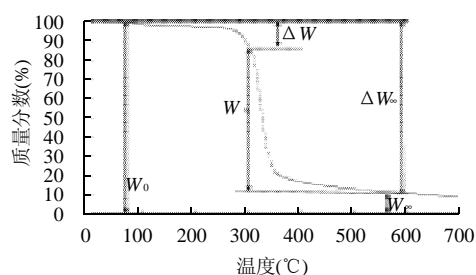


图1 淀粉热分解示意图

Fig.1 A typical TG curve of starch

图中 W_0 为样品起始的质量, W 为温度 T (或时间 t)时样品的质量分数(%), W_∞ 为样品完全分解后的质量, ΔW 为 T (或 t)时的损失质量。样品的失重率(α)用下式表示:

$$\alpha = \frac{W_0 - W}{W - W_\infty} = \frac{\Delta W}{\Delta W_\infty}$$

经过整理得到:

$$\lg[\lg(1 - \alpha^2)^{-1}] = \lg \frac{AE}{2.3R\beta} - 2.315 - 0.457 \frac{E}{RT}$$

对于不同的 α 值,以 $\lg \beta$ 对 $1/T$ 作图(即Ozawa图),得到一组平行的直线,如图1所示。由直线斜率和截距计算得到淀粉的活化能 E 和频率因子 A 值。

1.2.3 不同生长期莲藕及莲藕淀粉凝胶的质构测定

1.2.3.1 不同生长期莲藕的质构测定

对不同生长期莲藕进行去皮切片(2cm)穿刺实验。采用质构仪TA穿刺模式,选用P/0.25s探头,测试速率均为1mm/s,下压距离为5mm,触发力为10g,样品高度为2cm,对称地共取6个测点。

1.2.3.2 不同生长期莲藕淀粉凝胶的质构测定

将不同生长期莲藕的淀粉-水悬液搅拌均匀(1:5, m/V),放入95℃水浴中用磁力棒搅拌糊化15min后,将样品趁热倒入自制的圆形容器中(4cm × 2cm),再置于95℃水浴保温10min。分别放在常温(20℃, 3h)、冷藏(4℃,

7d)、冻藏(-18℃, 7d)后测定凝胶的质构,采用“Return to Start”模式,选用P/0.5s探头,测量前速率0.5mm/s,测试速率均为1mm/s,测量后速率为10mm/s,形变65%,停留时间为2s,触发力为5g,采集数据点为200pps,每个样品重复4次,结果表示为 $\bar{x} \pm s$ 。

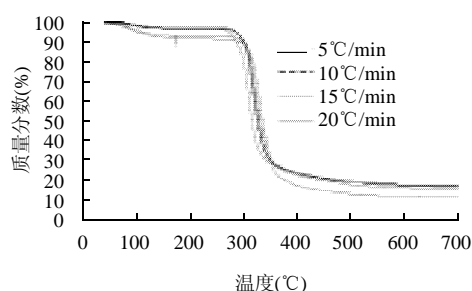
1.2.4 NMR 实验

低分辨率的质子NMR:称取淀粉0.5g于试管中,加入1.0~2.5ml去离子水,使淀粉-水的比例(m/V)分别为1:2、1:5,糊化温度50~100℃(50、60、70、80、90、100℃)于恒温水浴中,样品在每个温度下恒温15min后开始测定。利用90°单脉冲和弛豫时间编辑(Carr-Purcell-Meiboom-Gill, CPMG)脉冲序列测量样品的自旋-自旋弛豫时间(T_2)。将预处理的样品分别置于永久磁场(20MHz)中心位置的射频线圈的中心,进行自由感应衰减(free induction decay, FID)和CPMG脉冲序列的扫描。淀粉糊化CPMG实验采用的参数:采样点数 $TD = 4096$ 、回波个数 $C_0 = 380$ 、重复扫描次数 $NS = 16$ 、弛豫衰减时间 $D_0 = 2000 \sim 4000ms$ 。利用软件调用FID和CPMG拟合 T_2 。

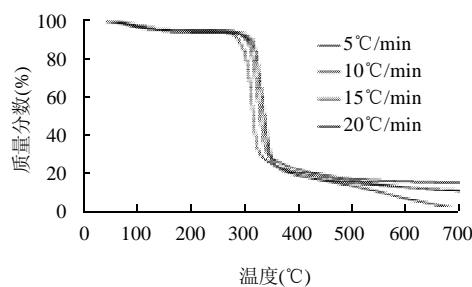
2 结果与分析

2.1 不同生长期莲藕淀粉的热重分析及热分解动力学

由图2可知,分别以5、10、15和20℃/min速率对不同生长期莲藕淀粉升温,在170℃内质量的损失对应水分的除去;而第二步质量损失在280~403℃间对应淀粉的解聚作用和分解过程是一个非氧化过程^[8]。淀粉在300℃时氮气环境下的高温分解是释放 CO_2 、CO、乙醛、呋喃和2-甲基呋喃的过程;第三步在700℃可能为中间产物全分解^[9]。



a. 莲藕1淀粉的热重曲线



b. 莲藕2淀粉的热重曲线

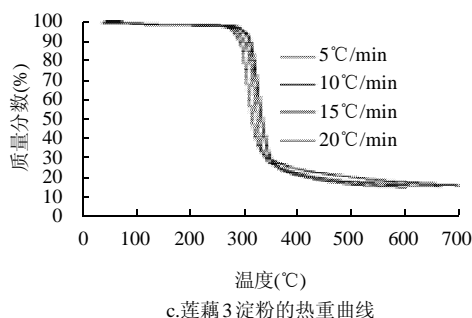


图2 不同生长期莲藕淀粉在5、10、15和20℃/min速率下的热重曲线
Fig.2 TGA curves of lotus root starch during different growth periods at 5, 10, 15 and 20℃/min

表1 不同生长期莲藕淀粉的热分解动力学参数

Table 1 Kinetic parameters of thermal degradation of lotus root starch in different growth periods

样品	加热速率 (℃/min)	温度 (℃)	质量 损失(%)	活化能 $E(\text{kJ/mol})$	频率因子 $A(\text{min}^{-1})$
莲藕1淀粉	5	285~386	64.2	192.6 ± 10.8	6.3
	10	290~390	69.3		
	15	293~395	68.8		
	20	300~402	70.6		
莲藕2淀粉	5	286~386	67.1	190.5 ± 9.7	6.4
	10	291~391	69.2		
	15	295~396	71.6		
	20	300~402	72.5		
莲藕2淀粉	5	288~388	66.2	189.6 ± 12.6	6.4
	10	290~390	70.7		
	15	295~396	73.2		
	20	301~403	73.9		

不同生长期莲藕淀粉的起始分解温度范围为285~288℃,从表1可知,莲藕3淀粉的起始分解温度最高,莲藕1淀粉最低。淀粉的热分解温度受淀粉相对分子质量、晶体类型和化学修饰有关。加快升温速率会滞后淀粉的起始分解温度,使起始分解温度增加。淀粉颗粒内存在两种组成及性质不同的结晶结构:一种是淀粉分子链间通过氢键形成的链-链结晶结构,另外一种为淀粉分子链和水分子间通过氢键形成的链-水结晶结构^[10]。第一步质量的损失对应的是淀粉分子链-水结构的破坏,而第二步的质量损失对应的为淀粉分子链-链结构的破坏。不同生长期莲藕淀粉的活化能范围为189.6~192.6 kJ/mol,莲藕1淀粉最高,莲藕3淀粉最低。

表3 不同生长期莲藕淀粉凝胶的TPA参数

Table 3 TPA parameters of gelatin from lotus root starch in different growth periods

	样品	硬度(g)	黏附性(g·s)	弹性(mm)	黏聚性	咀嚼性(g·m)
20℃	莲藕1	1525.16 ± 54.51	-2.81 ± 0.43	0.93 ± 0.03	0.71 ± 0.08	1001.47 ± 47.12
	莲藕2	843.14 ± 68.37	-60.65 ± 6.14	0.94 ± 0.01	0.57 ± 0.01	449.02 ± 43.71
	莲藕3	9031.74 ± 719.52	-303.48 ± 29.68	0.96 ± 0.02	0.53 ± 0.04	4598.13 ± 142.75
4℃	莲藕1	8075.80 ± 579.54	-12.76 ± 1.10	0.71 ± 0.03	0.30 ± 0.02	1684.06 ± 159.33
	莲藕2	4089.24 ± 67.70	-44.41 ± 4.16	0.95 ± 0.05	0.17 ± 0.01	651.89 ± 21.64
	莲藕3	18048.28 ± 373.09	-119.02 ± 10.11	0.79 ± 0.04	0.31 ± 0.03	4227.57 ± 47.98
-18℃	莲藕1	5193.20 ± 96.39	-146.52 ± 7.72	0.94 ± 0.09	0.25 ± 0.02	1204.96 ± 69.62
	莲藕2	686.20 ± 44.61	-138.26 ± 11.74	0.77 ± 0.08	0.48 ± 0.04	243.93 ± 20.75
	莲藕3	7131.22 ± 334.72	-1012.82 ± 51.71	0.20 ± 0.01	0.31 ± 0.02	503.01 ± 29.25

2.2 不同生长期莲藕及莲藕淀粉凝胶的质构特性

2.2.1 不同生长期莲藕的质构测定

表2 不同生长期莲藕的穿刺实验

Tab1e 2 Puncture test of lotus root in different growth periods

样品	破裂力(N)	位移(mm)	破裂能(N·mm)
莲藕1	6.85 ± 0.12	4.78 ± 0.02	32.78 ± 0.59
莲藕2	6.38 ± 0.36	4.78 ± 0.01	30.50 ± 1.75
莲藕3	5.80 ± 0.17	4.78 ± 0.05	27.74 ± 0.96

破裂力表示刺穿莲藕表面的最大力,破裂能表示刺穿莲藕表面需要的最小能量。由表2可知,不同生长期莲藕随着成熟度的增加,其破裂力与破裂能均变小。

2.2.2 不同生长期莲藕淀粉凝胶的质构测定

由表3可以看出,不同生长期莲藕淀粉的凝胶性质在同一条件下有较大的差别,这是与其直链淀粉的含量、直链淀粉和支链淀粉的分子大小以及支链淀粉的分支化度等相关的^[11]。同一个时期的莲藕淀粉在不同处理条件下,性质也有较大的差别,那是由于淀粉理化形成胶体的淀粉在储藏过程中,淀粉分子之间氢键会再度结合,使淀粉胶体内水分子逐渐脱出,发生离水作用,淀粉分子则重新排列成有序的结晶^[12]。

2.3 不同生长期莲藕淀粉-水分子的运动性

2.3.1 单指数衰减模型

质子的弛豫行为通常以指数形式衰减,通过衰减时间计算弛豫时间。利用90°单脉冲序列测定横向弛豫时间 T_2 ,FID曲线指数衰减的方程 $A=A_0e^{-\frac{t}{T_2}}$ 。 T_2 越长,FID信号衰减越慢,水分子的运动性越大,自由度也越大;反之, T_2 越短,FID信号衰减越快,水分子的运动性越小,受大分子的束缚越大。测定不同水分含量的横向弛豫时间 T_2 随温度变化的曲线如图3所示。

在热力作用下,伴随淀粉的糊化,莲藕淀粉中水分的含量及水分与有机物结合的程度也在随时间发生着变化。这是由于糊化作用的本质就是淀粉粒中晶质态和非晶质态的淀粉分子间的氢键断裂,分散在水中成为亲水性胶体溶液的过程^[13]。

图3显示出不同生长期莲藕淀粉(1:2, m/V)水分含

量的 T_2 与温度的关系。淀粉糊化过程中水分子的运动状态, 包括温度引起的热效应推动水分子运动速率的加快, 另一个方面是因体系受热水分子进入淀粉颗粒的空腔和淀粉分子链伸长及运动导致的水分子运动性的变化, 前者是熵效应引起的热效应增加, 后者则是一个较复杂的熵变和焓变过程^[10]。不同温度环境各效应表现出不同的作用和贡献。这些共同作用的结果将引起 T_2 的变化。从图中可以看出淀粉糊化过程, 不同生长期莲藕淀粉质子的 T_2 随温度变化差异很大。

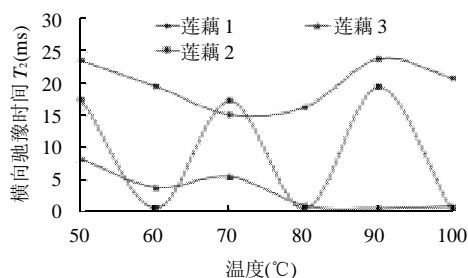


图3 水分含量 66.7% 时不同生长期莲藕淀粉弛豫时间 T_2 与温度的关系曲线

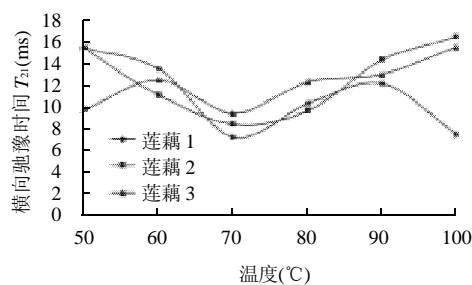
Fig.3 Relationship between relaxation time T_2 and temperature of lotus root starch at different growth periods under the moisture content of 66.7%

水分含量为 66.7% 的情况下, 莲藕 1 淀粉质子 T_2 在 70°C 之前先下降, 70°C 后随温度的升高而上升, 在 90°C 略微下降。70°C 前水分子向淀粉颗粒迁移, 质子运动性下降引起 T_2 减小。在 70°C 时随淀粉颗粒的膨胀和温度上升, 质子的运动性增加, 在 90°C 时淀粉颗粒晶体结构完全破坏, 质子的运动性达到最大, 淀粉分子链伸展形成淀粉凝胶; 莲藕 2 淀粉质子 T_2 变化呈波浪型, 质子表现的极不稳定; 莲藕 3 淀粉质子随着温度的升高基本呈下降趋势, 在 80°C 趋于平衡。在莲藕淀粉形成凝胶后, 随温度上升, 质子运动应加快, 但此时大分子链间的相互作用和水分子的增塑作用致使自由水分子运动受到限制, 而且加快了与淀粉分子羟基质子的交换速率, 使之回到平衡状态所用的时间短, 质子运动性下降。

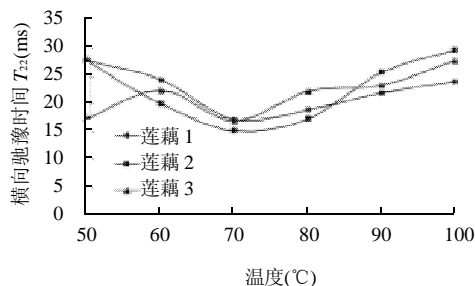
2.3.2 复指数衰减模型

大部分的食品都属于较复杂的多相体系中, 许多情况下, 由于水分子与食品成分呈现不同的结合状态, 体系中有两种或两种以上弛豫时间的不同水分, 采用单指数模型来描述体系中的质子的弛豫行为难以解释质子的运动情况, 而且 FID 信号实际的衰减速率比样品的 T_2 弛豫速率快很多, 因此要在测量中设法消除外加恒定磁场 B_0 的非均匀性对 T_2 弛豫的影响, 采用 CPMG 序列测定物质的横向弛豫时间 T_2 , 它是由 90° 和 180° 的射频脉冲组成, 按(90°、- τ -180°、 γ -2 τ -180°、 γ -3 τ -180°、 γ)顺序排列, 这样可以选择性地过滤宽包信号得到窄

的谱线消除上述影响。因而对于非均相食品体系, 采用 CPMG 脉冲序列多重指数衰减模型进行分析较为合适, 其公式为 $A = \sum A_i e^{-\frac{t}{T_{2i}}}$, 其中 $i=1, 2, 3, \dots$ 表示体系中组分的个数, 这取决于体系的物理化学状态。采用复指数衰减模型 $A = \sum A_i e^{-\frac{t}{T_{2i}}} + A_2 e^{-\frac{t}{T_{22}}}$ 对质子的横向衰减曲线数据进行拟合以得到横向弛豫时间。根据质子弛豫的速度不同将水分子分成运动较慢的结合水和运动快的自由水, 结合水与大分子结合紧密, 分子自由度小, 回到平衡时所需时间较短, 而自由水分子自由度大, 回到平衡状态时所需时间长^[14]。



a. 结合水弛豫时间 T_{21} 与温度的关系曲线



b. 自由水弛豫时间 T_{22} 与温度的关系曲线

图4 水分含量 66.7% 时不同生长期莲藕淀粉的 T_{21} 、 T_{22} 与温度的关系曲线

Fig.4 Relationship between bound water relaxation time T_{21} , free water relaxation time T_{22} of lotus root starch at different growth periods and temperature at the moisture content of 66.7%

由图 4 可知, 莲藕 1 结合水弛豫时间 T_{21} 在 70°C 前先下降, 70°C 后结合水的弛豫时间呈上升趋势。虽然结合水随温度上升运动加快, 但在初期, 由于水分子向淀粉颗粒迁移, 此时水分子与淀粉分子的结合状态发生了变化, 主要与直链淀粉分子结合紧密^[15], 其次是颗粒空间内运动受限引起 T_{21} 减小; 而 70°C 后淀粉颗粒膨胀分子链伸展, 水分子与淀粉进一步结合, 结合水量增加且运动性随温度的上升而迅速加快, 弛豫时间变长; 莲藕 2 在 70°C 前先下降, 70°C 后结合水的弛豫时间呈上升趋势; 莲藕 3 在 60°C 前上升, 70°C 下降, 之后又一直上升。

不同生长期莲藕淀粉自由水变化趋势大致相同, 自

由水弛豫时间 T_{22} 在 70°C 前先下降, 在 70°C 之后随温度的升高呈不断增加的趋势, 这说明在水分较充足的情况下, 温度对自由水的运动贡献最大。这种情况下, 少量自由水转变成结合水, 质子密度分布发生变化, 但并没有影响大量结合水的运动性, 而且此时淀粉分子链未完全伸展, 水分含量较多的自由水是在淀粉分子链外部, 其运动性受温度的影响大。3 个时期淀粉-水分子的运动性基本一致。

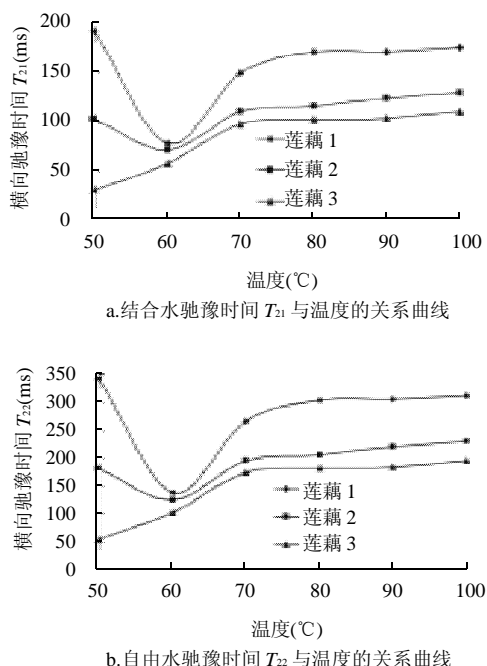


图5 水分含量 83.3% 时不同生长期莲藕淀粉的 T_{21} 、 T_{22} 与温度的关系曲线

Fig.5 Relationship between bound water relaxation time T_{21} , free water relaxation time T_{22} of lotus root starch at different growth periods and temperature at the moist content of 83.3%

由图 5 可知, 不同生长期莲藕淀粉-结合水变化趋势大致相同。莲藕 1 和莲藕 2 结合水弛豫时间 T_{21} 在 60°C 前下降, 60°C 后逐渐上升至 80°C 趋于平衡, 莲藕 3 则是一直上升到 80°C 平衡。可见 T_{21} 的大小可以反映水分子与淀粉分子的相互作用大小及淀粉分子链的伸展程度, 同时还反映了水分的充足程度和含量大小。 T_{21} 愈大说明淀粉含水量愈高, 其分子链愈伸展, 结合水的质子运动性愈大, 增塑作用愈强。

不同生长期莲藕淀粉-自由水变化趋势也大致相同。莲藕 1 和莲藕 2 自由水弛豫时间 T_{22} 在 60°C 前下降, 60°C 后逐渐上升, 在 80°C 趋于平衡, 莲藕 3 则是一直上升到 80°C 平衡。 60°C 前自由水与淀粉分子链的伸展状态有关, 淀粉分子链在此水分含量下伸展更充分, 在 80°C 时糊化凝胶自由水运动达到最大。

3 结论

通过实验结果分析可知, 不同生长期莲藕淀粉的热分解速率随着成熟度而加快, 即莲藕 3 最大, 莲藕 1 最小。随着莲藕成熟度的增加其破裂力与破裂能减少, 这是由于随着莲藕的生长期和贮藏时间的进行, 细胞间的结合力变小, 其破裂能也在不断地变化。不同生长期莲藕淀粉凝胶特性在同一条件下有较大的差别, 这是由于不同生长期莲藕淀粉的颗粒特性、物化特性及精细结构等不同; 同一个时期的莲藕淀粉在不同处理条件下, 性质也有较大的差别, 这是由同一时期莲藕淀粉的颗粒特性、精细结构在不同条件下会有所不同的表现所引起的。不同水分含量淀粉在核磁共振测定下弛豫时间变化趋势不相同, 这是由于在不同水分含量条件下, 莲藕淀粉颗粒与水分结合快慢不一样; 不同生长期莲藕淀粉在同一水分条件下弛豫时间的变化趋势大致相同, 这是因为莲藕淀粉颗粒与充足的水分结合, 结合速度的趋势大致相同, 水分子运动性大致相同, 所以弛豫时间的变化趋势也大致相同。

参考文献:

- [1] 王清章, 邱承光, 彭光华, 等. 莲藕粉糊的流变特性实验研究[J]. 农业工程学报, 2002, 18(4): 116-119.
- [2] 刘义满, 魏玉翔, 李峰, 等. 湖北省莲藕品种演变及栽培利用特点[J]. 湖北农业科学, 2006, 45(3): 242-245.
- [3] 李云波. 籼米的胶体特性研究[D]. 武汉: 华中农业大学, 2006.
- [4] 吴磊, 何小维, 黄强, 等. 核磁共振(NMR)技术在淀粉研究中的应用[J]. 食品工业科技, 2008(4): 317-321.
- [5] 孔庆东, 傅新发, 柯卫东, 等. 莲藕新品种鄂莲 5 号的选育[J]. 长江蔬菜, 2001(B8): 32-35.
- [6] 吉宏武, 丁霄霖. 马铃薯直链淀粉与支链淀粉的分离方法[J]. 食品科技, 2000(6): 56-58.
- [7] GUINESI L S, da ROZ A L, CORRADINI E, et al. Kinetics of thermal degradation applied to starches from different botanical origins by non-isothermal procedures[J]. Thermochimica Acta, 2006, 447(2): 190-196.
- [8] AGGARWAL P, DOLLIMORE D. A thermal analysis investigation of partially hydrolyzed starch[J]. Thermochimica Acta, 1998, 319(1/2): 17-25.
- [9] BRYCE D J, GREENWOOD C T. The thermal degradation of starch. II. The identification by gas chromatography of the minor volatile products produced at 300°C [J]. Starke, 1963, 15(2): 16-19.
- [10] 汪兰. 大米淀粉宏观性能、消化性及与水分子运动性的关系[D]. 武汉: 华中农业大学, 2008.
- [11] 杜先锋, 许时婴, 王璋. 食品成分对淀粉凝胶力学性能的影响[J]. 中国粮油学报, 2002, 17(2): 6-8.
- [12] FAN J, MARKS B P. Retrogradation kinetics of rice flour as influenced by cultivar[J]. Cereal Chem, 1998, 75(1): 153-155.
- [13] 周世英, 钟玉丽. 粮食学与粮食化学[M]. 北京: 中国商业出版社, 1988.
- [14] LEBOTLAN D, HELIEFOUREL L. Assessment of the intermediate phase in milk fat by low-resolution nuclear magnetic resonance[J]. Analytica Chimica Acta, 1995, 311(2): 217-223.
- [15] CHEETHAM N W H, TAO L. ^{17}O NMR relaxation studies on gelatinization temperature and water mobility in maize starches[J]. Carbohydrate Polymers, 1998, 35(3/4): 279-286.