

DOI: 10.13718/j.cnki.xdzk.2020.04.006

不同分散温度、时间对双波长法测定大米中淀粉质量分数的影响研究

张雪梅, 张 玲, 高飞虎, 曾志红,
李 雪, 梁叶星, 张欢欢, 杨世雄

重庆市农业科学院 农产品贮藏加工研究所, 重庆 401329

摘要: 为了测定大米中直、支链淀粉及总淀粉质量分数, 采用双波长法研究了不同测定条件(温度、时间)对大米中直链、支链淀粉及总淀粉质量分数的影响. 结果表明, 在 70~100 ℃ 温度条件下, 样品 75 ℃、处理 15 min 测得的支链淀粉质量分数最高, 80 ℃ 时样品的支链淀粉相对质量分数最低; 在 80 ℃、处理 15 min 时, 样品直链淀粉质量分数最高; 处理温度和时间对大米中总淀粉质量分数的影响与支链淀粉相似. 由此可知, 不同的测定条件(温度、时间)对双波长法测定大米中各淀粉质量分数的影响不同.

关 键 词: 大米; 双波长法; 淀粉; 分散温度; 分散时间

中图分类号: S521 **文献标志码:** A **文章编号:** 1673-9868(2020)04-0049-07

淀粉根据其分子中糖苷键的不同可分为两种性质差异很大的直链淀粉和支链淀粉, 不同作物中直链淀粉和支链淀粉比例各不相同^[1-2]. 稻米中直链、支链淀粉质量分数和比例对其出饭率、食用品质贮藏与加工的方式有着决定性的影响^[3]. 因此, 稻米中淀粉质量分数的测定对稻米的品质分析有着重要的意义.

淀粉质量分数的测定常用的有旋光法^[4]、蒽酮法^[5]、水解总糖测定法^[6]、碘比色法^[7]、差式扫描量热仪法^[8]、近红外光谱法^[9]、热重法^[10]等. 其中旋光法、蒽酮法、水解总糖测定法仅能测定总淀粉质量分数并且操作复杂. 碘比色法最为常用, 双波长法即利用碘比色, 1 次处理, 能同时测定直链淀粉、支链淀粉和总淀粉质量分数^[11]. 通过研究发现, 在处理不同的样品时对测定条件中的温度 and 时间的设置很不一致^[11-23]. 为此, 本文采用双波长法测定稻米品种渝香 203 直链淀粉、支链淀粉及总淀粉质量分数随测定条件(温度和时间)的不同而产生的变化情况, 从而为双波长法测定大米中直链、支链淀粉及总淀粉质量分数提供参考.

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

材料采自重庆市农业科学院特色作物研究所试验田, 品种为渝香 203. 稻谷用打米机除壳后, 粉碎过

收稿日期: 2019-07-10
基金项目: 重庆市科委科研机构绩效激励引导专项(cstc2018jxjl80023).
作者简介: 张雪梅(1984—), 女, 硕士, 助理研究员, 主要从事粮油食品贮藏与加工的研究.
通信作者: 张 玲, 副研究员.

60 目筛,放于鼓风干燥箱中烘干,将烘干后的样品用石油醚回流脱脂,脱脂后去除残留的石油醚,其大米干粉用于试验测定.

石油醚、无水乙醇、氢氧化钠、盐酸、碘、碘化钾为成都市科龙化工试剂厂生产,直链淀粉、支链淀粉标准品从 Sigma 公司购置.

1.2 仪 器

UV-6000PC 分光光度计,上海元析仪器有限公司; DHG-9053J 电热鼓风干燥箱,上海三发科学食品有限公司; 高速粉碎机,永康市铂欧五金制品有限公司; 索氏抽提器,蜀牛玻璃仪器有限公司; HH-6 数显恒温水浴锅,国华电器有限公司; AR2202CN 电子精密天平,奥豪斯仪器(常州)有限公司等.

1.3 方 法

1.3.1 标准溶液

参照戴双等^[24]的方法配置浓度为 0,2,6,10,14,18,22,26 $\mu\text{g/mL}$ 的直链淀粉标准溶液系列以及浓度为 0,40,50,60,70,80,90,100 $\mu\text{g/mL}$ 的支链淀粉标准溶液系列.

1.3.2 选择测定波长

选择 1.3.1 中配置的浓度最高的直链淀粉和支链淀粉标准溶液系列分别在 UV-6000PC 分光光度计上进行扫描(波长为 400~1 000 nm),在扫描图谱上绘图,确定直链淀粉的双波长为 $\lambda_1(626\text{ nm})$ 和 $\lambda_2(431\text{ nm})$,支链淀粉的双波长为 $\lambda_3(534\text{ nm})$ 和 $\lambda_4(753\text{ nm})$ (图 1).

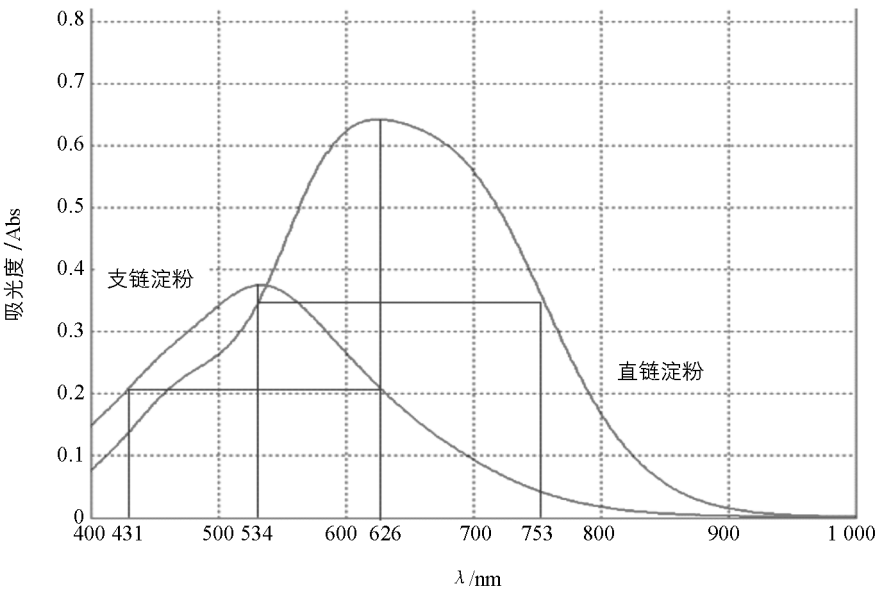


图 1 直链淀粉、支链淀粉扫描图谱

1.3.3 淀粉标准曲线的绘制

1.3.3.1 直链淀粉标准曲线

将 1.3.1 中配制的直链淀粉标准溶液系列分别在 626 nm 和 431 nm 下测定其吸光度 A_1, A_2 , 得 $\Delta A = A_1 - A_2$. 以直链淀粉标准溶液系列浓度为横坐标, ΔA 为纵坐标, 绘制直链淀粉标准曲线(图 2):

$$Y = 0.019\ 5X - 0.005\ 1 \qquad R^2 = 0.999\ 1$$

1.3.3.2 支链淀粉标准曲线

将 1.3.1 中配制的支链淀粉标准溶液系列分别在 534 nm 和 753 nm 下测定其吸光度 A_3, A_4 , 得 $\Delta A = A_3 - A_4$. 以支链淀粉标准溶液系列浓度为横坐标, ΔA 为纵坐标, 绘制支链淀粉标准曲线(图 3):

$$Y = 0.003\ 3X - 0.002\ 4 \qquad R^2 = 0.999$$

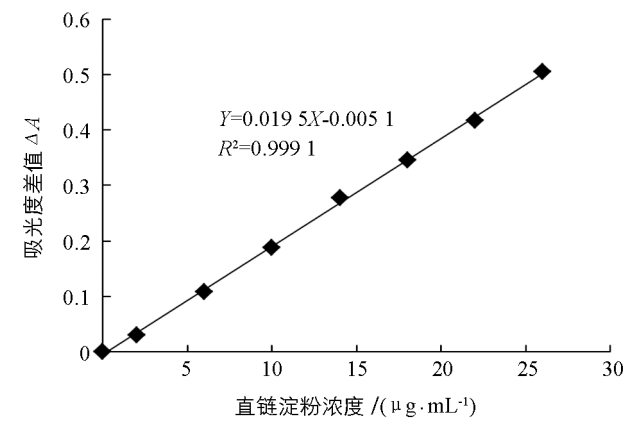


图 2 直链淀粉标准曲线

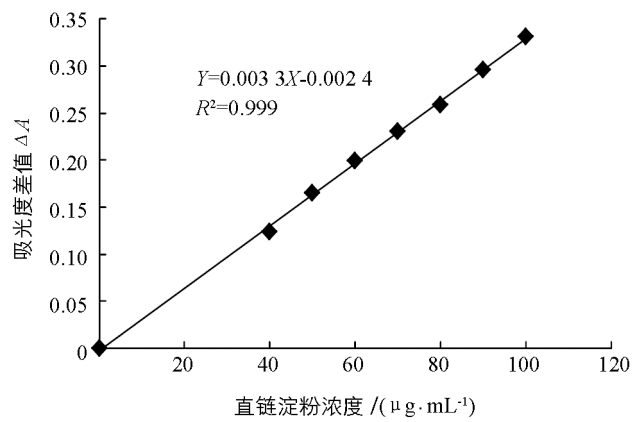


图 3 支链淀粉标准曲线

1.3.4 大米中淀粉质量分数测定

大米干粉中直、支链淀粉及总淀粉质量分数的测定方法参照戴双等^[24]的方法, 略有改动. 准确称取脱脂大米干粉样品 0.100 0 g, 置于 100 mL 容量瓶中, 加 1 mL 无水乙醇分散再加 9 mL 1 mol/L 氢氧化钠溶液, 在不同的温度和时间下分散. 根据以往的相关研究^[21], 本试验选取的处理温度分别为 70, 75, 80, 85, 90, 95, 100 °C, 分散时间分别为 5, 10, 15 min. 然后取出迅速冷却后, 用水定容至 100 mL, 静置待用. 分别吸取样品液 0 mL 和 2.5 mL, 加蒸馏水 30 mL, 以 0.1 mol/L 盐酸溶液调节 pH 值为 3.5 左右, 加 1 mL 碘试剂, 定容至 50 mL, 显色 10 min 后上机. 以未加样品液的试剂为空白调零, 分别测定样品溶液在 626 nm, 431 nm, 534 nm, 753 nm 波长下的吸光度值, 然后根据直链淀粉和支链淀粉标准曲线分别算出样品的直链、支链淀粉和总淀粉的质量分数, 样品进行 3 次重复.

1.3 计算结果

大米中各淀粉质量分数(C)为

$$C_{\text{直链淀粉}} = Y_1 \times \frac{1 - W_1 - W_2}{500m} \times 100\% \tag{1}$$

式中, Y_1 为直链淀粉浓度(μg/mL), m 为样品质量(g), W_1 为水分质量分数, W_2 为脂肪质量分数.

$$C_{\text{支链淀粉}} = Y_2 \times \frac{1 - W_1 - W_2}{500m} \times 100\% \tag{2}$$

式中, Y_2 为支链淀粉浓度(μg/mL), m 为样品质量(g), W_1 为水分质量分数, W_2 为脂肪质量分数.

$$C_{\text{总淀粉}} = C_{\text{直链淀粉}} + C_{\text{支链淀粉}} \tag{3}$$

1.4 数据处理

测定结果以平均数±标准差($\bar{X} \pm S$)表示, 数据使用 Excel 和 SPASS 软件进行分析整理.

2 结果与分析

2.1 不同测定条件下, 大米直链淀粉质量分数的变化

由图 4 可以看出, 不同温度条件下测得的直链淀粉质量分数分散处理由多到少依次为 15 min, 10 min, 5 min. 在 70~90 °C 温度范围内, 同一分散时间下, 直链淀粉质量分数随着温度的升高, 先上升后下降, 在 80 °C 达到最大值; 在 90 °C 之后, 直链淀粉质量分数随温度的升高而升高.

2.2 不同测定条件下, 大米支链淀粉质量分数的变化

由图 5 可以看出, 在 70~90 °C 温度条件下测得的支链淀粉质量分数分散处理由多到少依次为

15 min,10 min,5 min. 同一分散时间下,支链淀粉质量分数随温度的变化差异比较明显,但 3 组分散时间的变化趋势基本相同. 开始时支链淀粉质量分数呈上升趋势,在 80 ℃时急速下降,测得的支链淀粉质量分数最低. 在 95~100 ℃温度条件下,大米支链淀粉质量分数分散处理由大到小依次为 5 min,10 min,15 min.

2.3 不同测定条件下,大米总淀粉质量分数的变化

由图 6 可知,在 90 ℃和 95 ℃温度、不同分散处理时间下,测得的总淀粉质量分数有一共同值. 在 70~90 ℃温度范围内,大米的总淀粉质量分数分散处理由大到小依次为 15 min,10 min,5 min; 在 95~100 ℃温度范围内,大米的总淀粉质量分数分散处理由大到小依次为 5 min,10 min,15 min; 在 80 ℃有一最低值,与支链淀粉质量分数变化趋势相似.

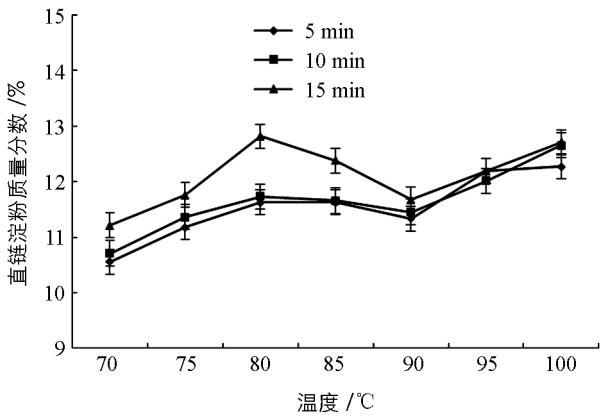
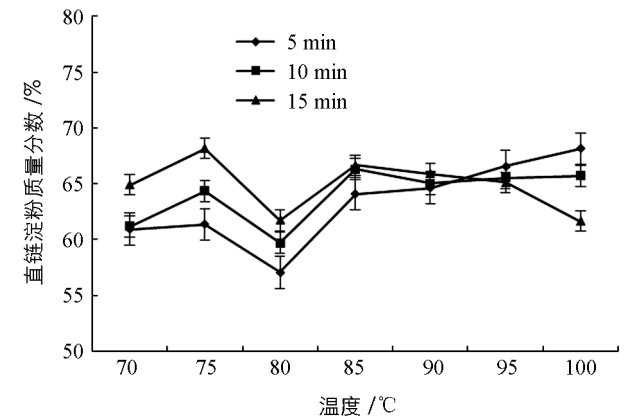


图 4 不同测定条件对大米直链淀粉质量分数的影响

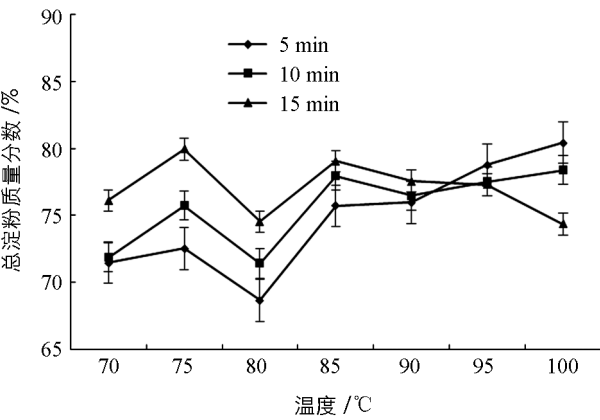


图 6 不同测定条件对大米总淀粉质量分数的影响

图 5 不同测定条件对大米支链淀粉质量分数的影响

2.4 同一温度、不同处理时间下,大米直链淀粉质量分数的变化

由表 1 可以看出,同一温度条件下,除 95 ℃处理外,其余各处理直链淀粉质量分数随时间的延长而逐渐升高. 在 70~85 ℃温度条件下,分散处理 5 min、10 min 分别与处理 15 min 直链淀粉质量分数差异有统计学意义($p<0.05$),分散处理 5 min 与 10 min 之间差异无统计学意义.

表 1 不同分散处理时间大米中直链淀粉质量分数的方差分析

处理/ min	质量分数/%						
	70 ℃	75 ℃	80 ℃	85 ℃	90 ℃	95 ℃	100 ℃
5	10.56±0.07b	11.18±0.03b	11.62±0.09b	11.63±0.26b	11.33±0.02a	12.19±0.28a	12.27±1.44a
10	10.71±0.08b	11.36±0.23b	11.73±0.27b	11.66±0.03b	11.45±0.28a	12.01±0.08a	12.65±0.47a
15	11.21±0.18a	11.76±0.17a	12.81±0.13a	12.38±0.01a	11.67±0.37a	12.19±0.23a	12.71±0.32a

注: 同列数据进行比较,小写字母不同表示 $p<0.05$, 差异有统计学意义.

2.5 同一温度、不同处理时间下,大米支链淀粉质量分数的变化

由表 2 可知,在 70~90 ℃温度范围内,同一温度条件下大米支链淀粉质量分数随分散处理时间的延长而逐渐升高. 处理 15 min 与 5 min 支链淀粉质量分数差异有统计学意义($p<0.05$); 除 80 ℃外,其余温度

条件下分散处理 10 min 与处理 15 min 支链淀粉质量分数差异有统计学意义($p<0.05$).

在 95 ℃和 100 ℃温度条件下, 各处理支链淀粉质量分数随时间的延长而降低. 分散处理 5 min 与 15 min 支链淀粉质量分数差异有统计学意义($p<0.05$); 分散处理 10 min 分别与 5 min, 15 min 之间差异无统计学意义.

表 2 不同分散处理时间大米中支链淀粉质量分数的方差分析

处理/ min	质量分数/%						
	70 ℃	75 ℃	80 ℃	85 ℃	90 ℃	95 ℃	100 ℃
5	60.93±1.48b	61.35±1.43b	57.06±0.54b	64.09±0.68b	64.63±0.32b	66.57±0.19a	68.15±1.47a
10	61.17±0.57b	64.36±1.20b	59.69±0.78a	66.30±1.07ab	65.02±0.11b	65.52±0.16ab	65.73±0.57ab
15	64.90±0.46a	68.17±0.76a	61.72±0.71a	66.67±0.18a	65.89±0.14a	65.10±0.71b	61.65±2.52b

注: 同列数据进行比较, 小写字母不同表示 $p<0.05$, 差异有统计学意义.

2.6 同一温度、不同处理时间下, 大米总淀粉质量分数的变化

由表 3 可知, 在 70~90 ℃温度范围内, 各处理的大米总淀粉质量分数随时间的延长而升高, 处理 15 min 与 5 min 其总淀粉质量分数差异有统计学意义($p<0.05$); 除 80 ℃和 85 ℃处理 10 min, 5 min 的总淀粉质量分数差异有统计学意义($p<0.05$)外, 其余温度下差异无统计学意义. 在 95 ℃和 100 ℃温度下, 各处理的总淀粉质量分数随分散时间的延长而降低, 并且各处理之间差异无统计学意义.

表 3 不同分散处理时间大米中总淀粉质量分数的方差分析

处理/ min	质量分数/%						
	70 ℃	75 ℃	80 ℃	85 ℃	90 ℃	95 ℃	100 ℃
5	71.49±1.41b	72.53±1.40b	68.68±0.63c	75.72±0.42b	75.96±0.34b	78.76±0.48a	80.42±2.91a
10	71.88±0.49b	75.72±1.19b	71.42±1.05b	77.96±1.04a	76.47±0.17ab	77.53±0.24a	78.38±1.04a
15	76.11±0.64a	79.93±0.59a	74.53±0.57a	79.04±0.17a	77.56±0.52a	77.29±0.94a	74.36±2.84a

注: 同列数据进行比较, 小写字母不同表示 $p<0.05$, 差异有统计学意义.

3 结 论

不同测定条件(温度、时间)对双波长法测定大米中直、支链淀粉质量分数有一定的影响. 在 70~100 ℃温度条件下, 样品 75 ℃、处理 15 min 测得的大米支链淀粉质量分数最高, 80 ℃时测得的支链淀粉相对质量分数最低; 在 80 ℃、处理 15 min 时, 样品直链淀粉质量分数最高; 处理温度和时间对大米中总淀粉质量分数的影响与支链淀粉相似.

4 讨 论

由实验结果可以看出, 大米中直链淀粉质量分数总体上随温度的上升而升高, 随着分散处理时间的延长其测定结果也随之上升, 这可能因为直链淀粉分子间结合力较强, 相对于支链淀粉难于糊化^[23]. 对于支链淀粉来说, 当分散温度较低时(小于 90 ℃), 支链淀粉测定结果随处理时间的延长而呈上升趋势; 当温度偏高时, 其测定结果随处理时间的延长而降低. 这与刘向农等^[22]研究结果一致.

大米总淀粉质量分数达到最大值的处理温度与支链淀粉质量分数达到最大值的温度不同, 应该是由直、支链淀粉比率的不同而导致的. 同时, 直链淀粉和支链淀粉随温度、时间的变化出现了波谷、波峰现象, 其测定过程中有一温度拐点, 即为 80 ℃, 这为今后双波长法测定大米中各种淀粉质量分数提

供了一定的参考.

与以往研究^[11-23]比较可以看出,不同的样品测量时,应选择恰当的分散处理温度和时间.双波长比色法测定结果还受到标准品与样品的相似程度、碱浓度等因素的影响^[22,24],有待更深入的研究.

参考文献:

- [1] 唐联坤. 淀粉糊化、老化特性与食品加工 [J]. 西部粮油科技, 1996, 21(3): 26-29.
- [2] 唐玮玮, 彭国照, 高阳华, 等. 重庆气候与稻米营养品质的关系研究 [J]. 西南大学学报(自然科学版), 2008, 30(12): 65-69.
- [3] 陈春燕, 凌英华, 杨正林, 等. 水稻籽粒直链淀粉含量非破坏性活体测定方法研究 [J]. 西南大学学报(自然科学版), 2007, 29(12): 73-76.
- [4] 陈旭红. 旋光法测定木薯粗淀粉的含量 [J]. 食品工业科技, 2000, 21(2): 64-65.
- [5] 郭冬生, 彭小兰. 蒽酮比色法和酶水解法两种淀粉测定方法的比较研究 [J]. 湖南文理学院学报(自然科学版), 2007, 19(3): 34-36, 48.
- [6] 张水华. 食品分析: 普通高等教育“十五”国家级规划教材 [M]. 北京: 中国轻工业出版社, 2006.
- [7] 王宪泽. 生物化学实验技术原理和方法 [M]. 北京: 中国农业出版社, 2002.
- [8] MOORTHY S N, ANDERSSON L, ELIASSON A C, et al. Determination of Amylose Content in Different Starches Using Modulated Differential Scanning Calorimetry [J]. Starch - Stärke, 2006, 58(5): 209-214.
- [9] FERTIG C C, PODCZEK F, JEE R D, et al. Feasibility Study for the Rapid Determination of the Amylose Content in Starch by Near-infrared Spectroscopy [J]. European Journal of Pharmaceutical Sciences, 2004, 21(2-3): 155-159.
- [10] STAWSKI D. New Determination Method of Amylose Content in Potato Starch [J]. Food Chemistry, 2008, 110(3): 777-781.
- [11] 蒋 卉, 胡中泽. 双波长法测定籼米中直链淀粉和支链淀粉含量 [J]. 粮食与饲料工业, 2013(2): 22-25.
- [12] 金玉红, 张开利, 张兴春, 等. 双波长法测定小麦及小麦芽中直链、支链淀粉含量 [J]. 中国粮油学报, 2009, 24(1): 137-140.
- [13] 何照范. 粮油籽粒品质及其分析技术 [M]. 北京: 农业出版社, 1985.
- [14] 王广鹏, 刘庆香, 孔德军, 等. 板栗支链淀粉含量的双波长测定方法 [J]. 河北农业科学, 2008, 12(1): 35-37.
- [15] 汪连爱. 双光束双波长分光光度计测定稻米中直链淀粉的方法 [J]. 粮食与饲料工业, 1999(3): 45-46.
- [16] 加列西·马那甫, 景伟文, 削合来提·再丁. 双波长法测定谷类和豆类作物籽粒中直链和支链淀粉的含量 [J]. 新疆农业科学, 2010, 47(3): 564-568.
- [17] 林美娟, 宋江峰, 李大婧, 等. 用双波长分光光度法测定鲜食玉米中直链淀粉和支链淀粉含量 [J]. 江西农业学报, 2010, 22(12): 117-119.
- [18] 曾凡逵, 赵 鑫, 周添红, 等. 双波长比色法测定马铃薯直链/支链淀粉含量 [J]. 现代食品科技, 2012, 28(1): 119-122.
- [19] 王 莉, 李竹贇. 双波长测定高粱中支链淀粉比例 [J]. 酿酒科技, 2002(3): 71-72.
- [20] 范明顺, 张崇玉, 张 琴, 等. 双波长分光光度法测定高粱中的直链淀粉和支链淀粉 [J]. 中国酿造, 2008, 27(21): 85-87.
- [21] 黄惠芳, 罗燕春, 侯学文, 等. 不同样品分散温度对双波长比色法测定木薯直、支链淀粉比率及总淀粉含量的影响 [J]. 中国农学通报, 2012, 28(3): 272-276.
- [22] 刘向农, 余碧钰. 双波长分光光度法测定银杏果仁中直链淀粉和支链淀粉 [J]. 光谱实验室, 2000, 17(5): 506-509.

- [23] 刘选选, 曹国璠, 任明见, 等. 不同分散温度、时间对双波长法测定高粱直、支链淀粉及总淀粉含量的影响 [J]. 中国农学通报, 2014, 30(18): 245-250.
- [24] 戴 双, 程敦公, 李豪圣, 等. 小麦直、支链淀粉和总淀粉含量的比色快速测定研究 [J]. 麦类作物学报, 2008, 28(3): 442-447.

The Effects of Different Conditions (Dispersion Temperature and Time) in Dual Wavelength Violet Spectrophotographic Determination of Rice Starch Content

ZHANG Xue-mei, ZHAGN Ling, GAO Fei-hu, ZENG Zhi-hong,
LI Xue, LIANG Ye-xing, ZHANG Huan-huan, YANG Shi-xiong

Agro-product Storage and Processing Institute, Chongqing Academy of Agricultural Science, Chongqing 401329, China

Abstract: The dual wavelength violet spectrophotographic method was used to determine the amylase, amylopectin and total starch contents of rice grain under different conditions (dispersion temperature and time). The results showed that in a temperature range of 70—100 °C, the percentage of amylopectin was the highest when the sample treatment temperature and time were 75 °C and 15 min and the percentage of amylopectin was the lowest when the sample treatment temperature was 80 °C; the percentage of amylase was the highest when the sample treatment temperature and time were 80 °C and 15 min; and the effects of different sample dispersion temperature and time on total starch content were similar to those on amylopectin. These results demonstrated that sample dispersion temperature and time in dual wavelength violet spectrophotographic determination have different effects on the contents of starch components in rice grain.

Key words: rice; dual wavelength violet spectrophotography; starch; dispersion temperature; dispersion time

责任编辑 周仁惠