

不同混合时间和形成温度下浓缩型小麦粉凝胶结构性性质演化规律

杨晗瑞, 刘翀*, 王家胜, 李雪冬, 陈菊, 顾少闯
(河南工业大学粮油食品学院, 河南郑州 450001)

摘要: 为了探究混合时间 (5~25 min) 和加热温度 (70、90 °C) 对浓缩型小麦粉凝胶结构的影响 (固形物含量为 30 wt.%、45 wt.%), 测定了凝胶的流变学特性、淀粉多尺度结构、蛋白特性及微观结构。结果表明, 70 °C 下, 随着混合时间的延长, 30 wt.% 的凝胶储能模量 (G')、损耗模量 (G'')、临界应变 (γ_c) 及屈服应变 (γ_y) 显著提升 ($P<0.05$), 糊化温度和面筋聚集性上升, 淀粉结晶度从 14.81% 增至 16.23%; 而 45 wt.% 的凝胶模量下降, 混合诱导面筋纤维致密化阻碍了淀粉分子链排列, 结晶度从 19.21% 降至 16.02%, 抑制了冷却阶段的分子重排。90 °C 下, 30 wt.% 的凝胶糊化吸热峰消失, 45 wt.% 体系下, 混合诱导其内部面筋网络包裹效应增强, 糊化峰值温度降低约 5.01%, 高温下面筋网络降解, 释放可溶性蛋白, 面筋聚集性下降。基于实验结果, 提出了小麦粉凝胶的复合模型, 即 30 wt.% 的凝胶是由直链淀粉作为连续相、溶胀淀粉和蛋白颗粒充当分散相构成, 混合强化了凝胶结构; 45 wt.% 的凝胶是由面筋网络 - 直链淀粉作为双连续相, 残余淀粉颗粒充当分散相构成, 混合削弱了凝胶强度。本研究对于揭示面制食品品质形成机理、指导其品质调控具有重要意义。

关键词: 小麦粉; 凝胶结构; 淀粉; 面筋蛋白

文章编号: 1673-9078(2026)5-223-233

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2026.5.0328

Evolution of the Structural Properties of Concentrated Wheat Flour Gels under Different Mixing Times and Formation Temperatures

YANG Hanrui, LIU Chong*, WANG Jiasheng, LI Xuedong, CHEN Ju, GU Shaochuang

(College of Food Science and Engineering, Henan University of Technology, Zhengzhou 450001, China)

Abstract: To elucidate the effects of mixing time (5~25 min) and heating temperature (70 °C and 90 °C) on the structural evolution of concentrated wheat flour gels (30 wt.% and 45 wt.%), rheological behavior, multiscale starch structures, protein characteristics, and microstructure were systematically investigated. At 70 °C, prolonged mixing significantly increased ($P<0.05$) the storage modulus (G'), loss modulus (G''), critical strain (γ_c), and yield stress (γ_y) of 30 wt.% gels. These changes were accompanied by an increase in gelatinization temperature, enhanced gluten aggregation, and an elevation in starch crystallinity from 14.81% to 16.23%. Conversely, for 45 wt.% gels, mixing led to a reduction in viscoelastic moduli. The densification of gluten fibers hindered the alignment of starch molecular chains, resulting in a decrease in crystallinity from 19.21% to 16.02% and suppression of molecular rearrangement.

引文格式:

杨晗瑞, 刘翀, 王家胜, 等. 不同混合时间和形成温度下浓缩型小麦粉凝胶结构性性质演化规律[J]. 现代食品科技, 2026, 42(5): 223-233.

YANG Hanrui, LIU Chong, WANG Jiasheng, et al. Evolution of the structural properties of concentrated wheat flour gels under different mixing times and formation temperatures [J]. Modern Food Science and Technology, 2026, 42(5): 223-233.

收稿日期: 2025-03-08; 修回日期: 2025-03-22; 接受日期: 2025-03-23

基金项目: 河南省自然科学基金面上项目 (242300420143); 国家现代农业 (小麦) 产业技术体系建设专项资金 (CARS-03-38); 河南省小麦产业技术体系专项资金 (HARS-22-01-G7)

作者简介: 杨晗瑞 (2001-), 女, 硕士, 研究方向: 谷物精深加工与品质调控, E-mail: 563671164@qq.com

通讯作者: 刘翀 (1978-), 男, 博士, 教授, 研究方向: 谷物精深加工与品质调控, E-mail: liuachong@haut.edu.cn

during cooling. At 90 °C, the gelatinization endothermic peak disappeared in the 30 wt.% gel system. In the 45 wt.% system, mixing strengthened the encapsulation effect of the gluten network, reducing the gelatinization peak temperature (T_p) by approximately 5.01%. However, high-temperature treatment induced degradation of the gluten network, releasing soluble proteins and weakening gluten aggregation. Based on these results, two structural models were proposed. In the 30 wt.% gel system, amylose constituted the continuous phase, with swollen starch granules and protein particles forming the dispersed phase, and mixing reinforced the gel structure. In contrast, the 45 wt.% gel system exhibited a dual continuous phase composed of a gluten network and amylose, with residual starch granules as the dispersed phase, where mixing weakened gel strength. These findings provide mechanistic insights into the structural evolution of concentrated wheat flour gels and offer theoretical guidance for quality regulation and processing optimization of wheat-based food products.

Key words: wheat flour; concentrated gel; structural evolution; starch; gluten protein

小麦粉作为中式面食的主要原料, 主要由淀粉(70%~75%)、蛋白质(8%~14%)、少量脂质和非淀粉多糖等组成^[1]。在食品加工过程中, 小麦粉与适量水混合后, 形成面糊或面团, 经过蒸煮或烘焙等热处理工艺制成面条、面皮等高水分食品^[2,3]。高温下, 淀粉糊化导致颗粒结构被破坏, 直链淀粉分子溶出; 充分浓缩的淀粉分散体冷却形成凝胶, 在短时间内是由直链淀粉凝胶化和结晶导致^[4]。长时间冷却后, 淀粉凝胶刚度的增加是由支链淀粉重新排序主导, 残留的溶胀淀粉颗粒填充于网络结构中^[5]。受热变性的蛋白质则可能形成交联网络贯穿其中, 或以聚集体形式分散于网络内。最终形成了一个宏观的凝胶网络结构。因此, 小麦粉凝胶是一种主要由淀粉和蛋白组成的多组分复合凝胶。目前, 针对小麦粉凝胶的研究大多集中于固形物含量为 2 wt.%~15 wt.% 体系, 然而, 大多数传统蒸煮面制食品实际上属于浓缩型小麦粉凝胶(固形物 ≥ 30 wt.%), 其形成机制尚不明确, 这在很大程度上限制了对面制食品品质的调控^[6]。

对于纯淀粉体系, 低固形物含量下(<20 wt.%), 淀粉颗粒充分溶胀, 形成以直链淀粉为连续相的松散网络; 而高固形物含量下(>30 wt.%), 拥挤的环境抑制淀粉膨胀, 仅部分直链淀粉溶出。小麦粉凝胶结构对固形物含量的依赖性与纯淀粉体系相似。在对熟面条结构的研究中, Wang 等^[7]发现在蒸煮过程中, 由于过量水的存在, 面条表面呈现出蜂窝状结构, 而内部则是由面筋网络和直链淀粉作为连续相, 溶胀淀粉颗粒填充其中构成的复合凝胶网络。蛋白的存在对淀粉凝胶结构的影响存在差异。Yang 等^[8]在探究豌豆蛋白对淀粉凝胶结构影响中发现了固形物含量为 10 wt.% 的体系中, 蛋白的添加降低了复合凝胶的硬度和储能模量, 表现出对凝胶结构的弱化作用。而在 40 wt.% 的体系中, 蛋白的存在增强了凝胶结构。类似的, Sasaki 等^[9]在探究面筋-淀粉混合体系时观察到, 固形物

在 6 wt.%~30 wt.% 范围内, 面筋蛋白有助于淀粉凝胶网络的形成, 但弱化了凝胶结构。而 Lindahl 等^[10]则认为面筋蛋白能够促进淀粉颗粒之间的接触并增强凝胶结构(6.5 wt.%)。这些相互矛盾的结论可能由各研究中所采用的固形物含量、原料成分和加工条件的不同所致。

然而, 现有研究多聚焦于单一变量对凝胶结构的影响, 而小麦粉作为一种多组分复合体系, 其面糊内固形物低于 40 wt.% 时, 面筋蛋白以颗粒或团簇状存在; 当固形物达到 45 wt.% 时, 内部面筋网络初步形成。混合时间能够促进面筋蛋白从纤维状向网络状的转变^[11]。在热机械加工过程中, 面筋网络形成程度通过影响淀粉-蛋白相互作用从而显著影响凝胶结构。但目前关于温度与混合时间如何与固形物含量协同调控小麦粉凝胶结构仍不明确, 且在面筋蛋白存在形式不同的条件下, 混合时间对凝胶内淀粉糊化程度和蛋白质聚集速度的影响是否存在差异尚不得知。本研究以小麦粉食品的实际含水量为基础, 制备成不同固形物含量的面糊/面团(30 wt.% 和 45 wt.%), 通过流变仪温控系统形成小麦粉凝胶, 旨在探讨不同加热温度和混合时间对浓缩型小麦粉凝胶结构的影响机制, 为淀粉基食品的加工提供理论基础。

1 材料与方法

1.1 原料

小麦粉, 河南新乡五得利集团有限公司; 实验用水均为蒸馏水。

1.2 主要仪器设备

RS6000 哈克流变仪, 德国赛默飞世尔科技有限公司; JHMZ 200 型针式和面机, 北京东孚久恒仪器技术有限公司; DSC 250 差示扫描量热仪, 美国 TA 科技有限公司; Aglient 1260 高效液相色谱系统, 美国安捷伦科技

公司; FV3000 共聚焦激光扫描显微镜, 日本奥林巴斯公司; ZEISS Sigma 300 扫描电镜, 德国蔡司科技公司。

1.3 试验方法

1.3.1 小麦粉凝胶的制备

使用针式搅拌机固形物含量为 30 wt.% 和 45 wt.% 的面糊 / 面团, 混合时间分别为 5、15 和 25 min。将制备好的面糊 / 面团放置在流变仪上利用温度控制系统在线制备凝胶, 选择直径为 35 mm 的平板, 测试间隙设置为 1.5 mm, 使用硅油密封样品的边缘以防止水分挥发, 并在 25 °C 的恒温条件下平衡 1 min。随后将样品以 5 °C·min⁻¹ 从 25 °C 分别加热至 70 °C 和 90 °C, 并保持 15 min, 接着以 5 °C·min⁻¹ 冷却至 25 °C, 继续保持 15 min。根据预实验确定的线性粘弹区域, 频率设为 1 Hz, 应变振幅设为 1%。程序结束后, 用刮板取下中心部分并立即放入液氮中, 冷冻干燥后研磨过 80 目筛网。

1.3.2 流变学性质的测定

1.3.2.1 温度扫描

上述程序操作后, 记录模量变化。

1.3.2.2 应变扫描

温度扫描程序结束后, 进行应变扫描。应变范围设为 0.1%~1 000%, 频率设为 1 Hz, 在 25 °C 下恒温测量。

1.3.3 热特性的测定

采用差示扫描量热仪 (DSC) 测定小麦粉凝胶的热性能。将凝胶粉末与去离子水以 1:2 的比例混合并置于密封坩埚中, 在 25 °C 下平衡 8 h 以确保水分均匀分布。随后, 以 10 °C/min 的升温速率将样品从 25 °C 加热至 120 °C, 使用 STARe 软件分析凝胶样品的起始温度 (T_0)、峰值温度 (T_p)、终止温度 (T_c) 及糊化焓 (ΔH)。

1.3.4 淀粉有序结构的测定

1.3.4.1 淀粉长程有序性

采用 X 射线衍射 (XRD) 技术分析小麦淀粉的晶体结构。使用配备单色 Cu-K α 辐射 ($\lambda=0.154\ 2\ \text{nm}$) 的 XRD 仪, 设置管压为 40 kV, 管流为 30 mA。将适量样品置于样品池中, 在 5° 至 40° 的扫描角度范围内以 10 °/min 的速度和 0.033° 的步长进行扫描。利用 MDI Jade 5.0 软件计算样品的相对结晶度。

1.3.4.2 淀粉短程有序性

采用激光共聚焦拉曼光谱仪测定样品的拉曼光谱。以空气为背景, 使用 785 nm 波长光源, 在 3 200~400 cm⁻¹ 范围内进行扫描, 分辨率为 4 cm⁻¹, 单次扫描时间为

64 s。利用 PeakFit 4.12 软件对原始数据进行分析, 计算 480 cm⁻¹ 处的半峰宽 (FWHM), 以此表征淀粉晶体的短程有序性。

1.3.5 蛋白分子量分布的测定

采用高效液相体积排阻色谱 (HPLC-SEC) 分析小麦粉凝胶中 SDS- 可提取蛋白的分子量分布, 方法参考 Wang 等^[7]并略作调整。将 1.5 mg (干基) 蛋白样品冻干粉溶解于 1.5 mL 提取液 (0.05 mol·L⁻¹ PBS, pH 值为 6.9, 含 1.0% (m/V) 十二烷基磺酸钠; 还原条件额外添加 1.0% m/V DTT), 在 (25±0.5) °C 下以 1 100 r·min⁻¹ 转速涡旋提取 1.5 h 后, 收集上清液并通过 0.45 μm 有机滤膜过滤, 随后进行 HPLC 分析。色谱条件如下: BIOSEP SEC-s4000 色谱柱 (300×7.8 mm), 柱温设置 30 °C, 流动相为乙腈 (含 0.1% V/V 三氟乙酸) 与水 (1:1, V/V), 流速为 1.0 mL·min⁻¹, 进样量为 20 μL , 紫外检测器 (VWD) 波长设置为 214 nm。

1.3.6 凝胶微观结构的测定

1.3.6.1 CLSM

参考 Wang 等^[7]的方法并稍作调整, 将制备完成的凝胶样品迅速用液氮冷冻, 随后使用冷冻切片机将其切割成 20 μm 厚的薄片。采用混合荧光染色液 (含 0.2% mg·mL⁻¹ FITC 和 0.025% mg·mL⁻¹ 罗丹明 B) 对凝胶中的淀粉颗粒和面筋蛋白染色 15 min, 随后用去离子水冲洗确保去除未结合的染色液。使用激光共聚焦显微镜观察拍摄。

1.3.6.2 SEM

将凝胶样品均匀涂布于导电胶覆盖的样品台上, 经离子溅射仪真空喷金处理 120 s 后, 在 10 kV 工作电压及 500 倍放大倍数下观察淀粉颗粒的微观形貌。

1.4 数据分析

所有测定结果均利用 SPSS 25.0 软件分析, 采用 Duncan 检验 ($P<0.05$) 进行单因素方差分析 (ANOVA), 以探究样本间的显著性差异。利用 Origin 2024 进行图表绘制。

2 结果与讨论

2.1 流变学性质分析

2.1.1 温度扫描

面糊 / 面团的温度扫描曲线如图 1 所示。在 70 °C 条件下, 30 wt.% 体系 (处于分散液状态) 经升温 - 恒温 - 降温阶段后, 其模量呈现出缓慢上升 - 急剧增加 - 趋于平缓的变化趋势。缓慢上升阶段淀粉颗粒发生可

逆溶胀, G' 值急剧增加表明凝胶已初步形成^[12]。在分散液状态下, 混合过程有助于提高凝胶的粘弹性, 即在各阶段均展现出较高 G' 和 G'' 值。而对于 45 wt.% 的样品 (此时面筋网络初步形成) 在升温阶段, G' 和 G'' 值先下降后急剧上升, 原因在于加热使得蛋白质链内的氢键部分断裂, 进而导致蛋白质展开并暴露出更多的疏水基团, 这一过程降低了面团的粘弹性, 类似的趋势也常见于 Mixolab 热机械曲线^[13]。在后续的加热与冷却过程中, 45 wt.% 的凝胶 G' 和 G'' 值变化趋势与 30 wt.% 体系相似。此外, 混合降低了最终形成凝胶的粘弹性, 即在混合 5 min 时观察到最高的 G' 和 G'' 值。混合 5 min 的面团 G' 值急剧增加的现象出现得更早 (55.86 °C), 这暗示着混合过程抑制了淀粉的糊化。一方面, 5 min 的混合使得蛋白分子链的连接较为松散, 内部产生相分离, 当温度升高后, 蛋白聚集与淀粉溶胀共同为凝胶模量提供贡献; 另一方面, 混合促使面团内连续面筋网络的形成, 从而抑制了淀粉的早期溶胀行为。

在 90 °C 条件下, 加热初期, 30 wt.% 体系的模量变化趋势与 70 °C 下相似, 模量持续上升, 加热至 83 °C 达到模量峰值。持续加热将导致 G' 和 G'' 值降低, 而在冷却阶段, 二者又有轻微上升的趋势, 这是由于浸出的直链淀粉缔合所致^[14]。对于 45 wt.% 体系而言, 其

模量峰值出现在 89 °C 左右, 若持续加热将导致 G' 值下降, 且在降温阶段持续降低, 直至冷却阶段达到平衡。这一现象归因于面筋网络的包裹作用抑制了淀粉间氢键的形成^[15]。另外, 由于冷却时间较短, 在常温下不足以让淀粉充分老化。混合对高温下凝胶形成的影响与低温一致, 混合增强了 30 wt.% 的凝胶结构, 但弱化了 45 wt.% 的凝胶结构。

2.1.2 应变扫描

应变扫描是一种通过小幅度振荡剪切逐步过渡到大幅度振荡剪切的流变方法, 广泛用于研究样品的粘弹性行为。临界应变 (γ_c) 是衡量样品结构抗破坏的关键指标^[16]。在 70 °C 条件下, 30 wt.% 的凝胶 γ_c 值随混合时间延长从 1.02% 增加到 1.20%, 表明混合强化了凝胶结构。而 45 wt.% 的凝胶 γ_c 值无显著变化。90 °C 下, 30 wt.% 的凝胶 γ_c 值变化趋势与 70 °C 相同。但对于 45 wt.% 的凝胶, 混合 5 min 样品的 γ_c 值 (γ_c 为 0.98%) 显著低于 15 min 和 25 min 样品, 这表明混合时间通过促进蛋白-蛋白和蛋白-淀粉交联, 增强了凝胶的抗应变能力。高温 (90 °C) 下形成的小麦粉凝胶 γ_c 值低于低温 (70 °C) 凝胶, 归因于高温破坏了凝胶的氢键等非共价键结构^[17]。降温过程中, 蛋白质抑制了淀粉回生, 导致凝胶内形成不稳定微晶, 从而削弱了凝胶的抗应变能力。

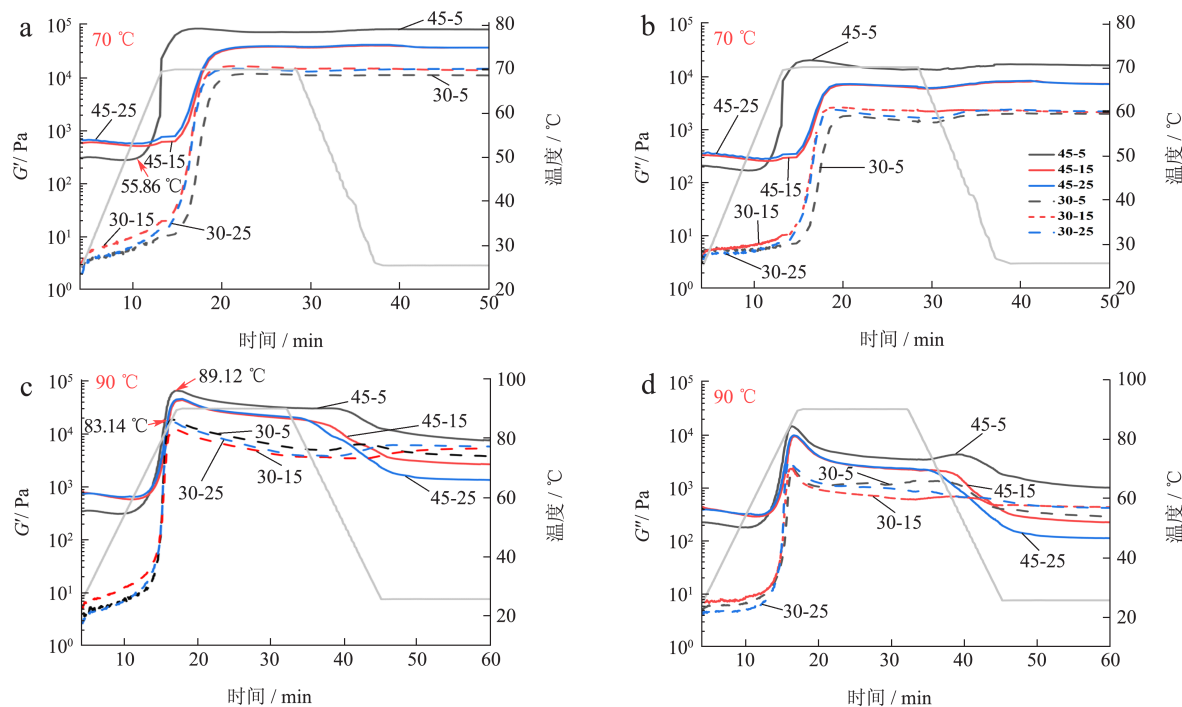


图 1 不同形成条件下面糊/面团的模量-温度扫描曲线

Fig.1 Modulus-temperature sweep curves of batter/dough under different formation conditions

注: a 和 b 分别代表 70 °C 时, 不同固形物含量和混合时间下样品的储能模量 (G') / 损耗模量 (G'') - 温度扫描曲线; c 和 d 分别代表 90 °C 时, 不同固形物含量和混合时间下样品的储能模量 (G') / 损耗模量 (G'') - 温度扫描曲线。样品名称为“质量分数-混合时间”, 例: 30-5 代表混合 5 min 的 30 wt.% 的面糊。

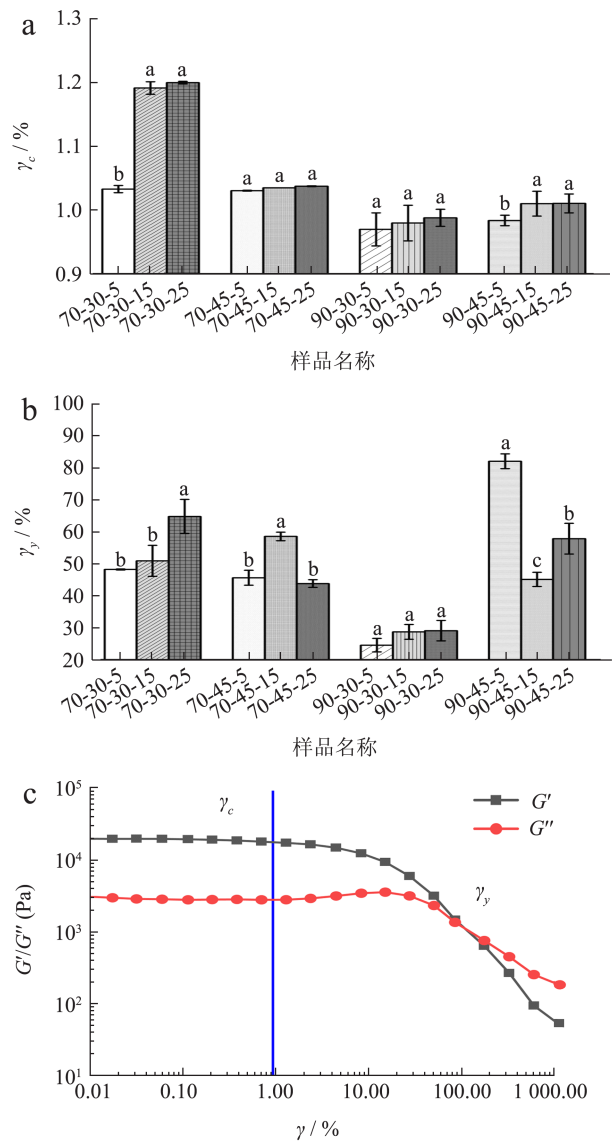


图2 不同形成条件下小麦粉凝胶的应变扫描特性

Fig.2 Strain sweep properties of wheat flour gels under different formation conditions

注：a表示临界应变值 (γ_c)，b表示屈服应变值 (γ_y)，c表示应变扫描曲线。不同小写字母表示在相同混合时间条件下差异显著 ($P<0.05$)。样品名称采用“温度-浓度-混合时间”表示，例如70-30-5表示混合5 min后的面糊/面团在70 °C加热条件下形成的30%浓度小麦粉凝胶。

当应变超过 γ_c 时， G' 急剧下降， G'' 先升后降，形成典型的非线性黏弹区宽峰，即弱应变过冲^[18]。当应变继续增加， G'' 超过 G' 时，即为屈服应变 (γ_y)^[19]。在70 °C下，30 wt.% 的凝胶 γ_y 值变化趋势与 γ_c 一致 (图2b)，均随混合时间上升。对于45 wt.% 的凝胶，混合15 min时 γ_y 值最高 (58.52%)。90 °C下，30 wt.%

的凝胶 γ_y 变化趋势与70 °C一致。对于45 wt.% 的凝胶样品，其 γ_y 值随混合时间先降低后增加。这是由于短时混合 (5 min) 使凝胶在较高应变下仍以弹性为主，主要归因于麦谷蛋白大聚体的形成以及淀粉-蛋白弱交联增强了淀粉颗粒间相互作用。混合时间通过增强面筋延展性和淀粉-蛋白交联，拓宽了凝胶线性粘弹区，但过度松弛的网络结构可能导致断裂或重组不完全，从而降低 γ_y 值。

2.2 热特性分析

表1呈现了不同形成条件下小麦粉凝胶的糊化初始温度 (T_0)、峰值温度 (T_p)、终止温度 (T_c) 和糊化焓 (ΔH) 值。在70 °C条件下，随着混合时间的延长，两种固形物含量的凝胶 T_0 、 T_p 、 T_c 均呈上升趋势，而 ΔH 值则逐渐下降 (降低约12.17%)。对于30 wt.% 的凝胶，长时间的混合增加了凝胶内淀粉的糊化温度。这说明均匀的分散液有助于加热过程中淀粉分子链更充分地重排，形成稳定的微晶结构。对于45 wt.% 的凝胶，混合导致 T_0 、 T_p 和 T_c 升高， ΔH 下降约22.08%。这归因于混合强化了面筋网络的屏障作用，阻碍了水分迁移^[20]，限制了淀粉颗粒的充分渗透，从而防止晶体结构被破坏。此外，30 wt.% 的凝胶 T_0 、 T_p 及 T_c 均高于45 wt.% 的凝胶，且 ΔH 低于45 wt.% 的凝胶，这表明固形物含量为45 wt.% 时，残余淀粉颗粒的结构完整性更高。

在90 °C条件下，30 wt.% 的凝胶的吸热峰消失，表明淀粉颗粒结构彻底破坏。45 wt.% 的凝胶仍有微弱吸热峰，说明高温下部分淀粉颗粒未完全糊化。这归因于30 wt.% 的面糊形成凝胶过程中直链淀粉大量渗出，形成无序缠结态，破坏其内部晶体结构，这与纯小麦淀粉体系凝胶化相似^[21]。同时，分散的蛋白质颗粒在高温下变性聚集，无法形成有效界面屏障，加剧淀粉分子链的不可逆解缠结^[22]。相反，45 wt.% 的凝胶中面筋网络通过空间位阻作用抑制水分快速渗透，使部分淀粉颗粒未完全糊化。在高温条件下，混合时间的延长显著降低糊化温度 ($P<0.05$)，这与混合过程中面筋基质对淀粉颗粒的包裹效应有关。面筋蛋白和淀粉颗粒相互作用更紧密，抑制淀粉颗粒溶胀，使凝胶内保留更多残余微晶，从而降低 T_0 、 T_p 、 T_c 值。冷却过程中，淀粉-蛋白间的强交联阻碍直链淀粉和支链淀粉的重新排列，减少淀粉分子链的回生现象，增强凝胶稳定性。

表 1 不同形成条件对小麦粉凝胶热特性的影响

Table 1 Effect of different formation conditions on thermal properties of wheat flour gels						
加热温度/℃	固形物含量/%	混合时间/min	初始温度 T_0 /℃	峰值温度 T_p /℃	终止温度 T_c /℃	老化焓值 ΔH /(J/g)
70	30	5	66.93 ± 3.82^b	70.53 ± 5.85^b	77.87 ± 4.95^c	1.15 ± 0.23^a
		15	69.12 ± 1.00^a	74.00 ± 1.15^a	87.48 ± 3.32^b	1.10 ± 0.13^a
		25	70.41 ± 1.01^a	75.13 ± 1.35^a	89.53 ± 2.15^a	1.01 ± 0.25^b
	45	5	63.94 ± 0.03^b	68.78 ± 0.08^b	73.18 ± 0.01^b	4.03 ± 0.05^a
		15	65.77 ± 1.44^a	70.07 ± 2.09^a	75.35 ± 2.99^a	3.36 ± 0.82^b
		25	65.24 ± 1.39^a	69.51 ± 1.75^{ab}	74.66 ± 3.25^a	3.14 ± 0.64^b
90	30	5	—	—	—	—
		15	—	—	—	—
		25	—	—	—	—
	45	5	72.51 ± 1.54^a	76.41 ± 0.58^a	87.27 ± 4.62^a	0.25 ± 0.13^a
		15	64.46 ± 1.98^c	72.58 ± 0.64^b	86.82 ± 2.84^a	0.28 ± 0.12^a
		25	67.36 ± 1.58^b	72.32 ± 1.50^b	80.23 ± 8.51^b	0.20 ± 0.03^a

注：表中数值为平均值 ± 标准差。不同小写字母代表相同温度和浓度不同混合时间下样品的显著性差异 ($P<0.05$)。

2.3 淀粉长程有序性分析

X 射线衍射图可表征淀粉分子双螺旋结构的定向取向、规整排列与堆砌，而这些排列规则的淀粉分子紧密堆积后形成了有序的晶体结构^[23]。A 型淀粉晶体的特征峰通常出现在 2θ 为 15° 、 17° 、 18° 和 23° 处。如图 3 所示， 70°C 处理条件下，30 wt.% 的凝胶内 A 型特征峰完全消失，表明淀粉长程有序性被破坏。分散的蛋白小颗粒无法有效抑制水分快速迁移，导致淀粉颗粒过度吸水膨胀，双螺旋结构解离。混合使凝胶内淀粉结晶度从 14.81% 提升至 16.23%，这与 DSC 所得结论一致。45 wt.% 的凝胶内仍观察到 A 型晶体衍射峰，表明淀粉颗粒的双螺旋结构保持有序排列。大分子拥挤环境通过空间限制作用削弱了水分子与淀粉分子的氢键强度，延缓淀粉颗粒的完全糊化，从而保留部分原始晶体结构^[24]。随着混合时间延长，45 wt.% 凝胶的 A 型衍射峰强度逐渐减弱。混合诱导面筋纤维致密化，淀粉分子链的排列受阻从而抑制冷却阶段的分子重排，结晶度降低 16.67%。

90°C 下，30 wt.% 和 45 wt.% 的凝胶均在 $2\theta=20^\circ$ 处出现显著衍射峰，对应着 V 型晶体结构。V 型晶体由直链淀粉与内源性脂质（如脂肪酸、磷脂）形成的单螺旋复合物构成，其出现表明高温下淀粉颗粒的完全糊化与直链淀粉大量渗出。对于 30 wt.% 的凝胶，混合时间延长导致结晶度升高 9.60%。45 wt.% 的凝胶内 V 型衍射峰强度随混合时间延长变化较小，表明面筋网络通过抑制直链淀粉的过度浸出，限制脂质复合物的形成，在高

温湿热处理小麦粉的报道中也观察到了类似的结构^[25]。

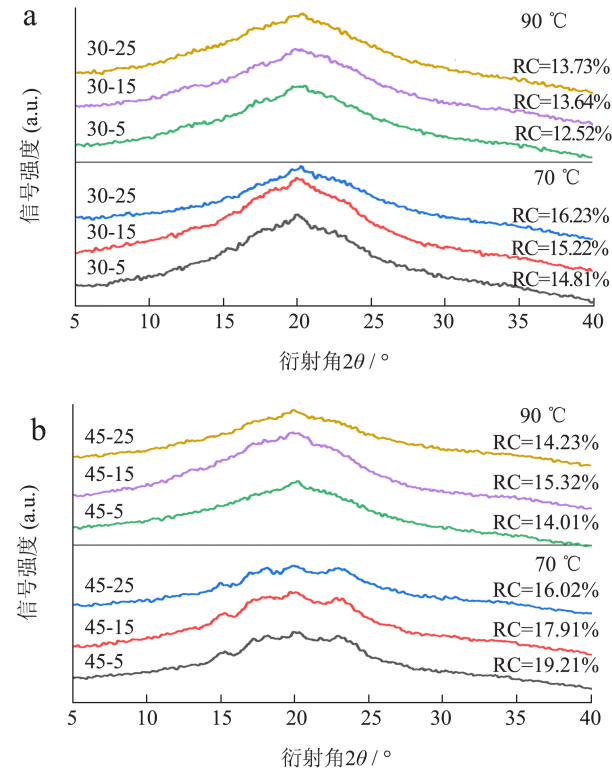


图 3 不同形成条件下小麦粉凝胶的 X 射线衍射图像

Fig.3 X-ray diffraction images of wheat flour gels with different formation conditions

注：a 代表不同温度和混合时间下，30 wt.% 小麦粉凝胶的 X 射线衍射图像；b 代表不同温度和混合时间下，45 wt.% 凝胶的 X 射线衍射图像。结晶度（RC）标注于曲线上方。

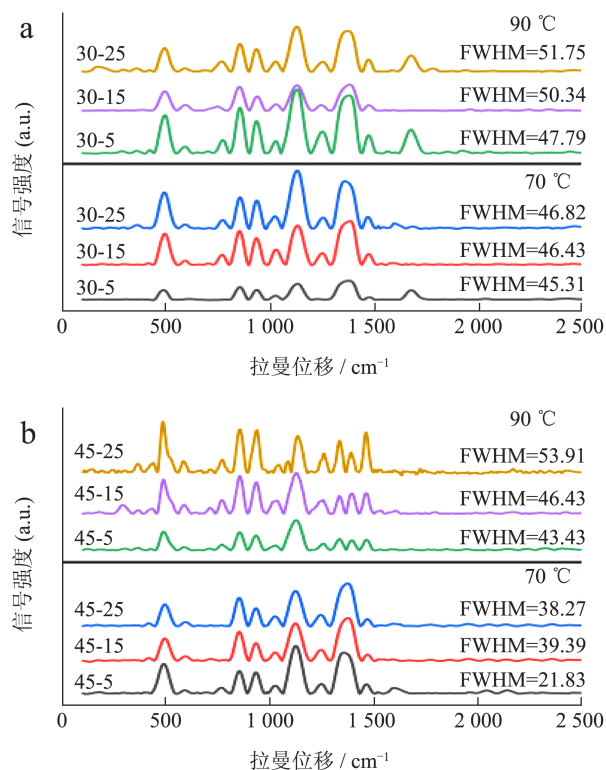


图4 不同形成条件下小麦粉凝胶的拉曼图像

Fig.4 Raman images of wheat flour gels with different formation conditions

注：a 代表不同温度和混合时间下，30 wt.% 凝胶的拉曼图像；b 代表不同温度和混合时间下，45 wt.% 凝胶的拉曼图像。FWHM 值标注于曲线上方。

2.4 淀粉短程有序性分析

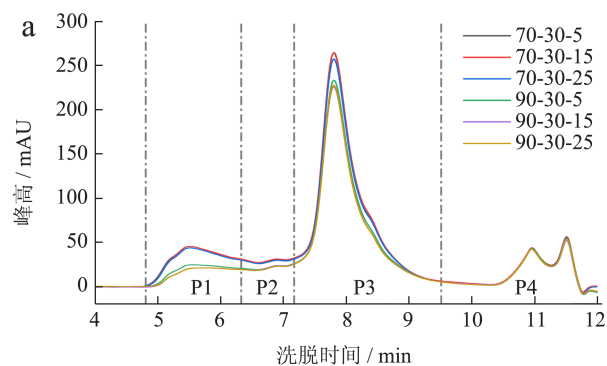
在拉曼光谱中， 480 cm^{-1} 处的全宽半最大值 (FWHM) 可作为衡量淀粉晶体短程有序化结构的重要指标^[26]。FWHM 值增大表示淀粉晶体的短程有序性降低，分子链的无序性增强。如图4所示，两种形成温度下，发现随着混合时间的增加，30 wt.% 和 45 wt.% 的凝胶 FWHM 值均显著降低。对于 30 wt.% 的凝胶，混合作用有助于淀粉颗粒在水中的均匀分散，增强了水分的渗透性，并提高了分子链的移动性，在冷却过程中加速了直链淀粉的有序重排。而对于 45 wt.% 的凝胶，混合促进了面筋网络对淀粉的强包裹性，使得淀粉颗粒有序结构并未被完全破坏。此外，45 wt.% 的凝胶显示出了较低的 FWHM 值，有序性更高。一方面是由于面筋蛋白的包裹抑制淀粉颗粒在糊化过程中的过度膨胀和迁移，减少分子链的无序解离。另一方面通过空间位阻效应压缩了淀粉的无定形区，加强了淀粉链间相互作用，促进双螺旋结构重排，有序性增强^[27]。相较于低温处理，高温下的小麦粉凝胶有序性更强。高

温加速分子热运动，导致淀粉双螺旋结构解裂，有序结构被破坏，淀粉链呈无序状态。冷却过程中，淀粉链依靠氢键聚集，在水分子的作用下重新定向排列^[28]。

2.5 蛋白分子量分布分析

不同形成条件下小麦粉凝胶的 SDS 可溶性萃取蛋白分子量分布如图 5a 和图 5b 所示，蛋白质的洗脱曲线按照分子量大小可以分为四部分：大分子量聚合蛋白 (P1)，小分子量聚合蛋白 (P2)，大分子量单体蛋白 (P3)，小分子量单体蛋白 (P4)^[29]。SDS-可溶性聚合体蛋白 (SDS-P)、SDS-可溶性单体蛋白 (SDS-M)、SDS-可萃取蛋白 (SDS-EP) 比例表示为相应部分的峰面积比还原条件下蛋白质总峰面积 (图 5c~5e)。在 70 °C 处理条件下，30 wt.% 和 45 wt.% 凝胶的 SDS-P、SDS-M 及 SDS-EP 比例均随混合时间延长显著降低 ($P < 0.05$)，混合过程中机械剪切力破坏麦谷蛋白与麦醇溶蛋白的物理缠结，暴露其疏水基团与巯基 (-SH)。加热过程中，这些活性基团通过二硫键 (S-S 键) 及非共价键 (如氢键和疏水作用) 迅速交联，形成了不可溶性聚集体^[30]。

90 °C 下，30 wt.% 凝胶的 SDS-P 与 SDS-EP 比例最低，且混合时间进一步促进蛋白聚集 (分别为 4.34%~3.83%、26.72%~25.85%)。45 wt.% 凝胶中，SDS-P、SDS-M 及 SDS-EP 比例随混合时间的延长呈先升后降低的趋势。这可能是由于 45 wt.% 的体系中，谷蛋白大聚体在混合初期 (5 min) 发生局部聚集，高温下热诱导的蛋白质变性使巯基暴露，促进了巯基二硫键交换反应和分子间二硫键的形成。混合时间延长 (15 min) 导致的机械力输入将聚合物破坏成连续性的碎片，形成弱交联的面筋网络^[31]。高温下更容易使面筋网络降解，释放可溶性蛋白。继续混合 (25 min) 缩短蛋白质分子间距，提高了淀粉和面筋蛋白的水合作用，蛋白质移动性增加，单体蛋白通过共价和非共价相互作用交联聚集成聚集体蛋白^[32]。



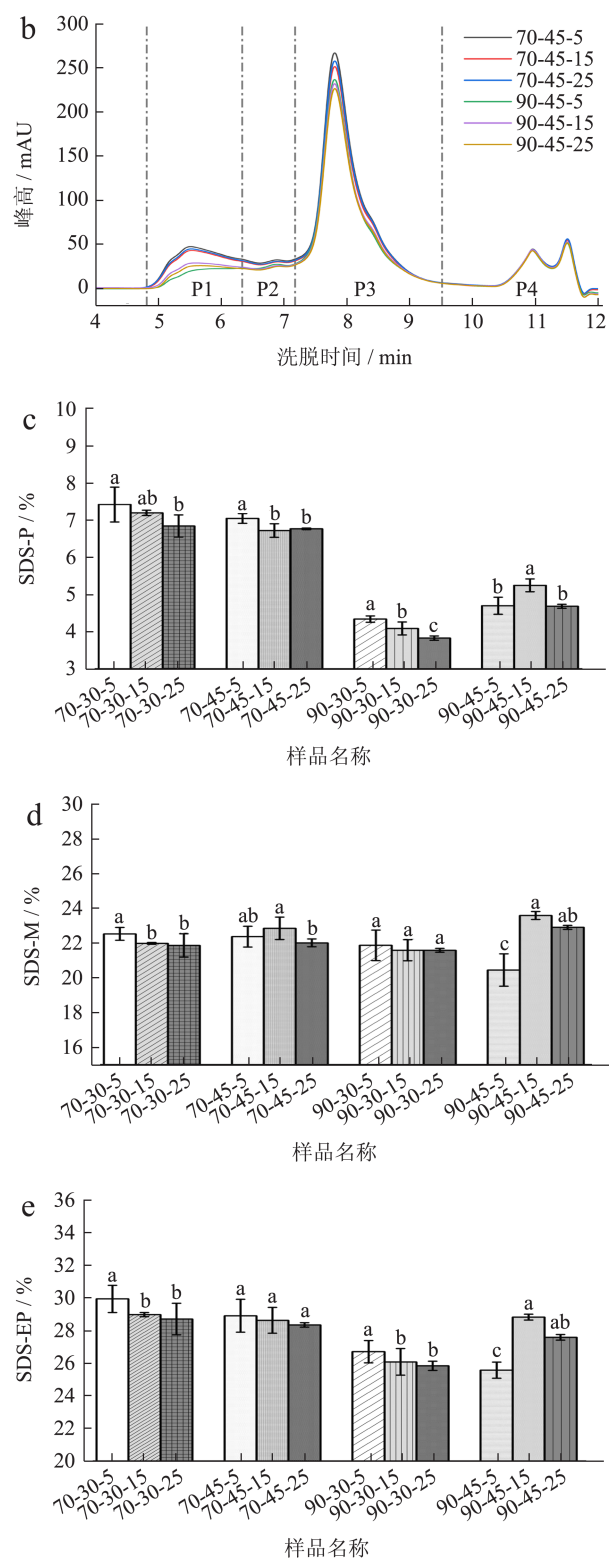


图5 不同形成条件下小麦粉凝胶的蛋白分子量分布

Fig.5 Protein molecular weight distribution of wheat flour gels with different formation conditions

注：a 和 b 分别代表 30 wt.% 和 45 wt.% 的小麦粉凝胶内蛋白洗脱曲线；c~e 分别代表不同样品的 SDS-可溶性聚合体蛋白（SDS-P），SDS-可溶性单体蛋白（SDS-M）和 SDS-可萃取蛋白（SDS-EP）所占比例。

2.6 SEM

小麦粉凝胶的 SEM 图像见图 6a~6l，在 70 °C 热处理条件下（a~f），30 wt.% 的凝胶网络主要由直链淀粉形成的凝胶基质构成，小麦粉中的醇溶蛋白和谷蛋白在 70 °C 下发生部分变性^[33]，直链淀粉以及蛋白-淀粉形成的局部交联点作为辅助支撑，分散体系为淀粉颗粒的溶胀提供了空间，混合为凝胶提供了更均匀的网络结构；45 wt.% 的凝胶内面筋蛋白在剪切力与热诱导下形成交联纤维束，包裹膨胀的淀粉颗粒，形成“骨架-填充”复合结构，凝胶网络主要由面筋网络支撑，5 min 的混合时间下，淀粉颗粒和面筋基质空隙较大，凝胶网络呈现松散的结构，淀粉-蛋白交联作用较弱，而 25 min 的混合时间下，可以观察到面筋纤维束增厚并紧密交织，孔隙减少，表明混合时间的延长促进了面筋蛋白的定向排列。

90 °C 热处理条件下（g~l），30 wt.% 的凝胶则因淀粉糊化度过高，其直链淀粉浸出与变性蛋白共沉积，形成致密但脆性的玻璃态区域。5 min 的混合时间下，凝胶内部连续性较差，结构粗糙，混合促进了凝胶的致密性。45 wt.% 的凝胶内淀粉颗粒逐渐膨胀和变形，露出表面凹槽。高温诱导面筋网络软化导致淀粉链的过度膨胀进一步挤压网络孔隙，引发结构塌陷。可以推测混合 5 min 时，膨胀的淀粉颗粒为凝胶的模量做出贡献，混合 15 min 后，升温过程中面筋网络由于麦谷蛋白 β -折叠结构的解离而软化^[28]，从而导致凝胶模量的降低。

2.7 CLSM

图 7 中 a₁~l₃ 为小麦粉凝胶的 CLSM 图像，红色区域代表面筋蛋白，绿色区域代表淀粉颗粒。与扫描电镜观察结果一致，70 °C 处理条件下（a₁~f₃），可以观察到 30 wt.% 凝胶内大部分淀粉颗粒的有限溶胀。随着混合时间的延长，淀粉颗粒的溶胀程度显著增加，导致颗粒聚集体尺寸增大，同时凝胶内的孔洞减少。而 45 wt.% 的凝胶内淀粉颗粒被面筋网络包裹，大部分保持完整。随着混合时间从 5 min 延长至 25 min，图像显示红色区域蛋白质网络从松散纤维状逐渐演变为致密网状结构。这是由于短时间混合（5 min）下，面筋链并未完全展开，部分未展开的麦谷蛋白通过二硫键快速交联，面筋蛋白热聚集和溶胀的淀粉颗粒共同支撑凝胶结构；而长时间混合（25 min）促进了麦谷蛋白和麦醇溶蛋白的排列与重组，打破原有弱交联，最终形成更均一的三维网络。此外，混合伴随着大气孔的出现，推测是面团黏度升高阻碍了剪切过程中卷入气体的逸出所致。

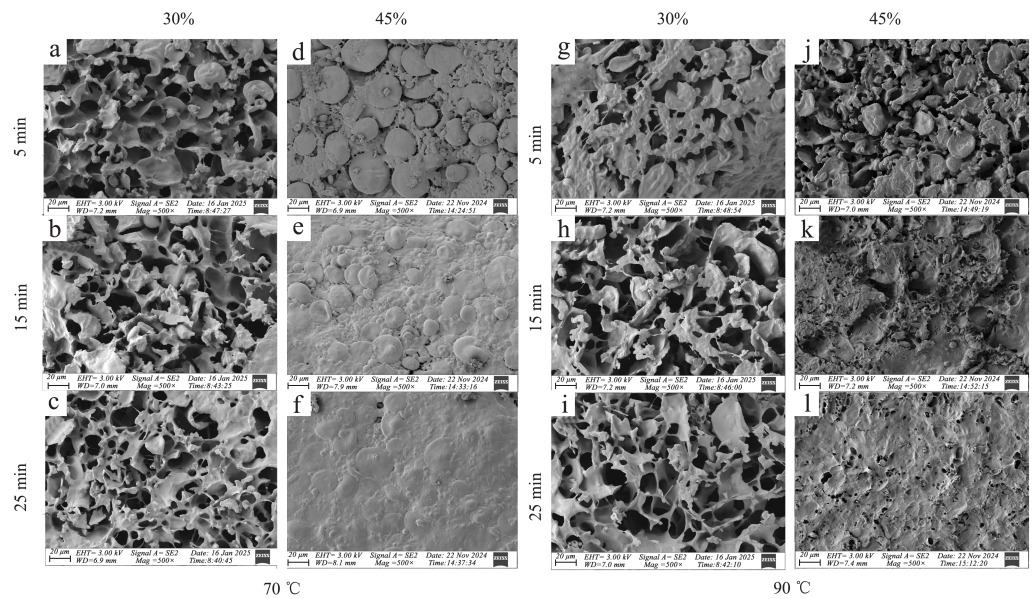


图 6 不同形成条件下小麦粉凝胶的扫描电镜图像

Fig.6 Scanning electron microscope images of wheat flour gels with different formation conditions

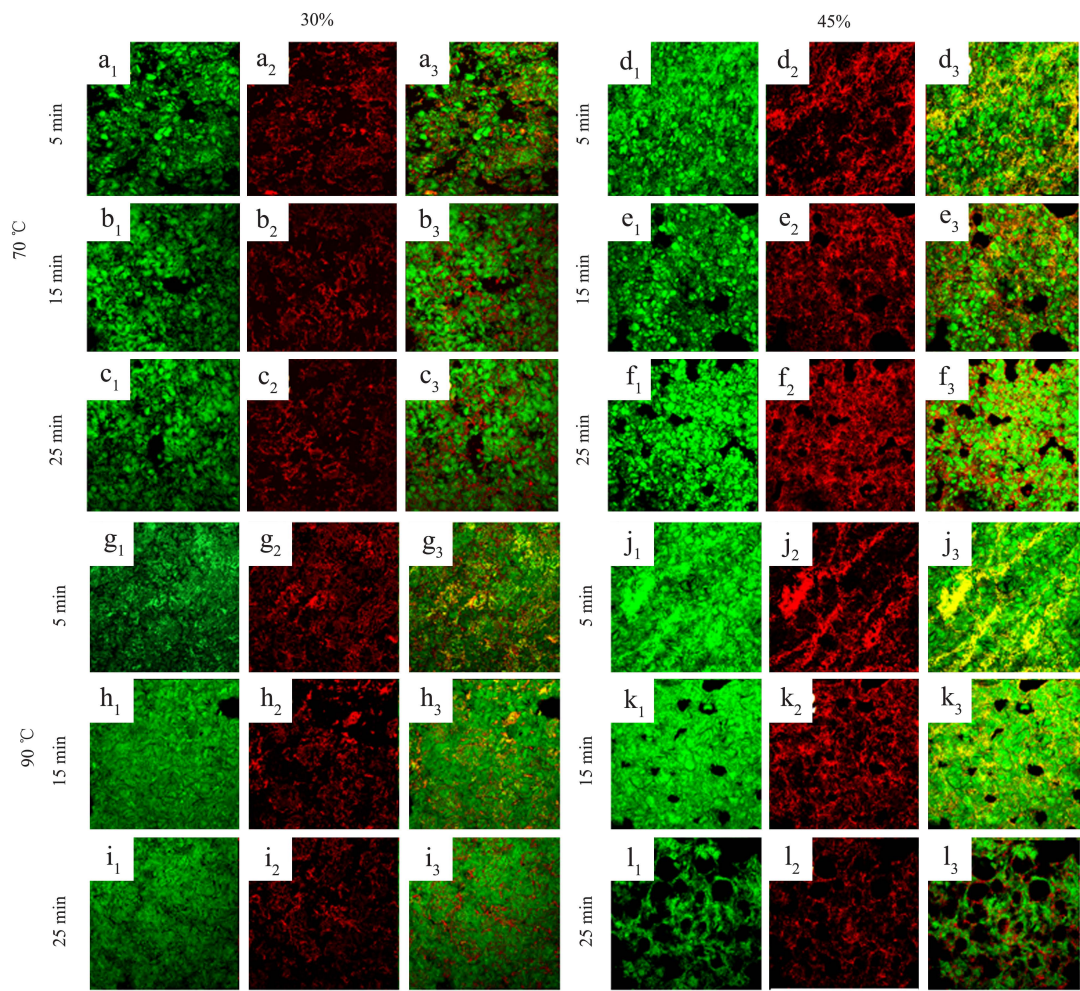


图 7 不同形成条件下小麦粉凝胶的共聚焦激光扫描显微镜图像

Fig.7 Confocal laser scanning microscope image of wheat flour gels with different formation conditions

注: 1 代表淀粉颗粒, 2 代表面筋蛋白, 3 代表淀粉和蛋白叠加图。

90 ℃处理条件下 ($g_1 \sim I_3$), 30 wt.% 的凝胶内淀粉颗粒均遭受破坏, 少量面筋蛋白形成聚集体分散于其中, 凝胶体系主要是由直链淀粉构成的连续相, 溶胀淀粉颗粒和溶胀蛋白聚集体充当分散相的填充型凝胶。而 45 wt.% 的凝胶内部仍能观察到部分未完全破坏的颗粒结构, 凝胶体系是由溶胀淀粉颗粒填充在面筋网络中并受到溶出直链淀粉的粘结作用构成的双连续相型复合凝胶结构, 混合时间对凝胶微观结构的影响在两种固形物含量下与低温下的影响类似。

3 结论

低温 (70 ℃) 下, 混合导致 30 wt.% 的小麦粉凝胶内淀粉糊化温度增高、焓值降低、结晶度增加, 促进凝胶内淀粉分子间相互作用, 诱导面筋蛋白聚集, 增强了凝胶的粘弹性; 45 wt.% 的体系中混合导致面筋过度致密化, 淀粉分子链的排列受阻从而抑制冷却阶段的分子重排, 产生结构弱化效应, 面筋网络通过空间位阻作用抑制了水分的快速渗透, 使得内部淀粉颗粒未能完全糊化。而两种温度下 30 wt.% 的凝胶均显示面筋聚集性的升高。高温下 (90%), 长时间形成的面筋网络更易降解, 释放可溶性蛋白, 聚集性降低。可以推测, 混合促进了 30 wt.% 的凝胶结构; 而对于 45 wt.% 的凝胶, 混合形成了致密的面筋网络, 虽然增强了淀粉-蛋白交联, 但高温打破了这种交联, 从而弱化了凝胶结构。微观结构显示小麦粉凝胶可以视作“骨架-填充”结构。45 wt.% 的凝胶内是由溶胀淀粉颗粒填充在面筋网络中并受到溶出直链淀粉的粘结作用构成的双连续相型复合凝胶结构; 30 wt.% 的凝胶内是由直链淀粉构成连续相、溶胀淀粉颗粒和溶胀蛋白聚集体充当分散相的填充型凝胶。

参考文献

- [1] YANG T, WANG P, ZHOU Q, et al. Investigation on the molecular and physicochemical changes of protein and starch of wheat flour during heating [J]. *Foods*, 2021, 10(6): 126262.
- [2] LI M, ZHU K X, GUO X N, et al. Natural additives in wheat-based pasta and noodle products: opportunities for enhanced nutritional and functional properties [J]. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 2014, 13(4): 347-357.
- [3] WANG Y, CHEN L, YANG T, et al. A review of structural transformations and properties changes in starch during thermal processing of foods [J]. *Food Hydrocolloids*, 2021, 113: 106543.
- [4] ELIASSON A C. Effect of water content on the gelatinization of wheat starch [J]. *Starch/Staerke*, 1980, 32(8): 270-272.
- [5] QING C, BAODONG Z, YI Z, et al. A comprehensive review of the factors influencing the formation of retrograded starch [J]. *International Journal of Biological Macromolecules*, 2021, 186: 163-173.
- [6] BINJIA Z, DONGLING Q, SIMING Z, et al. Starch-based food matrices containing protein: recent understanding of morphology, structure, and properties [J]. *Trends in Food Science & Technology*, 2021, 114: 212-231.
- [7] WANG J S, LIU C, WANG Z C, et al. Impact of rehydration on multi-scale structural transformations and starch digestibility of dried noodles [J]. *International Journal of Biological Macromolecules*, 2025, 287: 138438.
- [8] YANG L, GUO X R, QIN Y, et al. Different effects of pea protein on the properties and structures of starch gel at low and high solid concentrations [J]. *International Journal of Biological Macromolecules*, 2024, 269: 132060.
- [9] SASAKI T, YASUI T, KOHYAMA K. Influence of starch and gluten characteristics on rheological properties of wheat flour gel at small and large deformation [J]. *Cereal Chemistry*, 2008, 85(3): 329-334.
- [10] LINDAHL L, ELIASSON A-C. Effects of wheat proteins on the viscoelastic properties of starch gels [J]. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 1986, 37(11): 1125-1132.
- [11] MASBERNAT L, BERLAND S, ALMEIDA G, et al. Stabilizing highly hydrated wheat flour doughs by adding water in two steps [J]. *Journal of Cereal Science*, 2021, 98: 103179.
- [12] ISBETH C, MARTINEZ O, LIZETTE D, et al. The structural characteristics of starches and their functional properties [J]. *Cytajournal of Food*, 2018, 16(1): 1003-1017.
- [13] JIA F Y, MA Z, HU X Z. Controlling dough rheology and structural characteristics of chickpea-wheat composite flour-based noodles with different levels of *Artemisia sphaerocephala* Krasch. gum addition [J]. *International Journal of Biological Macromolecules*, 2020, 150: 605-616.
- [14] SCOTT G, AWIKA J M. Effect of protein-starch interactions on starch retrogradation and implications for food product quality [J]. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 2023, 22(3): 2081-2111.
- [15] CHANG X H, HUANG X Y, TIAN X Y, et al. Dynamic characteristics of dough during the fermentation process of Chinese steamed bread [J]. *Food Chemistry*, 2020, 312: 126050.
- [16] MEERTS M, CARDINAELS R, OOSTERLINCK F, et al. The impact of water content and mixing time on the linear and non-linear rheology of wheat flour dough [J]. *Food Biophysics*, 2017, 12(2): 151-163.
- [17] ALAM F, NAWAB A, LUTFI Z, et al. Effect of non-starch polysaccharides on the pasting, gel, and gelation properties of Taro Starch [J]. *Starch-Starke*, 2021, 73(1-2): 541-546.
- [18] 冯帅. 小麦淀粉凝胶非线性流变特性研究 [D]. 无锡: 江南大学, 2023.
- [19] BRANDNER S, BECKER T, JEKLE M. Classification of starch-gluten networks into a viscoelastic liquid or solid, based on rheological aspects-A review [J]. *International Journal of Biological Macromolecules*, 2019, 136: 1018-1025.
- [20] IWAKI S, FU B X, HAYAKAWA K. Behavior of protein aggregates via electrostatic interactions or hydrogen bonds during dough formation [J]. *Journal of Cereal Science*, 2023, 111: 103683.

- [21] GÓMEZ A, FERRERO C, CALVELO A, et al. Effect of mixing time on structural and rheological properties of wheat flour dough for breadmaking [J]. *International Journal of Food Properties*, 2011, 14(3): 583-98.
- [22] KUANG J W, MA W H, PU H Y, et al. Control of wheat starch rheological properties and gel structure through modulating granule structure change by reconstituted gluten fractions [J]. *International Journal of Biological Macromolecules*, 2021, 193: 1707-1715.
- [23] MARIOTTI M, ZARDI M, LUCISANO M, et al. Influence of the heating rate on the pasting properties of various flours [J]. *Starch/Staerke*, 2005, 57(11): 564-572.
- [24] PATEL B K, SEETHARAMAN K. Effect of heating rate at different moisture contents on starch retrogradation and starch-water interactions during gelatinization [J]. *Starch-Starke*, 2010, 62(10): 538-546.
- [25] DING Y, CHENG J, LIN Q, et al. Effects of endogenous proteins and lipids on structural, thermal, rheological, and pasting properties and digestibility of adlay seed starch [J]. *Food Hydrocolloids*, 2021, 111: 106254.
- [26] LIU Z S, LIU X, YU J L, et al. Novel approach for quantitative characterization of short-range molecular order in gelatinized starch by X-ray diffraction [J]. *Biomacromolecules*, 2023, 24(3): 1267-1273.
- [27] 王家胜.原料品质与热加工过程对挂面结构及淀粉消化性的影响研究[D].郑州:河南工业大学,2024.
- [28] IWAKI S, AONO S, HAYAKAWA K, et al. Changes in protein non-covalent bonds and aggregate size during dough formation [J]. *Foods*, 2020, 9(11): 1643.
- [29] FENG Y L, ZHANG H J, WANG J, et al. Dynamic changes in glutenin macropolymer during different dough mixing and resting processes [J]. *Molecules*, 2021, 26(3): 541.
- [30] WANG K Q, LUO S Z, ZHONG X Y, et al. Changes in chemical interactions and protein conformation during heat-induced wheat gluten gel formation [J]. *Food Chemistry*, 2017, 214: 393-399.
- [31] LI Y, HE Z, TU Y, et al. Understanding synchronous regulating effects of starch-protein interactions on starch digestion and retrogradation under thermal shear processing [J]. *Carbohydrate Polymers*, 2024, 329: 121767.
- [32] BONILLA J C, ERTURK M Y, SCHABER J A, et al. Distribution and function of LMW glutenins, HMW glutenins, and gliadins in wheat doughs analyzed with detection and quantitative imaging techniques [J]. *Journal of Cereal Science*, 2020, 93: 102931.
- [33] WEN W J, LI S J, GU Y, et al. Effects of starch on the digestibility of gluten under different thermal processing conditions [J]. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2019, 67(25): 7120-7127.