

# 改性大豆纤维粉制备工艺参数优化研究

张 文, 张 颖, 黄姝洁, 卢晓黎\*  
(四川大学食品工程系, 四川成都 610065)

**摘 要:**以带皮豆渣为原料, 分别通过正交实验、Box-Behnken 实验方法对改性大豆纤维粉制备工艺中的脱腥、酶法改性工序进行参数优化, 确定的脱腥工艺参数为: 液料比 1:1, 反应温度 60℃, 反应时间 40min, pH5.0; 采用纤维素酶进行酶法改性工艺参数为: 酶浓度 1.57%, 酶解时间 3.02h, 酶解温度 50.35℃, 酶解 pH5.13。

**关键词:**改性大豆纤维粉, 脱腥工艺, 酶法改性, 参数优化

## Optimization of processing parameters of modified soybean dietary fiber powder

ZHANG Wen, ZHANG Yin, HUANG Shu-jie, LU Xiao-li\*

(Food Engineering Department of Sichuan University, Chengdu 610065, China)

**Abstract:** With skin soybean dregs as raw material, the deodorization and enzymatic modification process parameters were optimized through orthogonal test and Box-Behnken experimental design for preparation of modified soybean dietary fiber powder, respectively. The deodorization process parameters were: liquid material ratio of 1:1, reaction temperature 60℃, reaction time 40min, pH5.0. The enzymatic modification process parameters were: enzyme concentration of 1.57%, hydrolysis time 3.02h, hydrolysis temperature 50.35℃ and enzyme pH5.13.

**Key words:** modified soybean dietary fiber powder; deodorization process; enzymatic modification; optimization

中图分类号: TS201.1

文献标识码: B

文章编号: 1002-0306(2009)12-0265-04

膳食纤维在现代营养学中被称为继蛋白质、脂类、糖、维生素、矿物质、水等六大营养素之外的“第七营养素”, 它分为不溶性膳食纤维 (IDF) 和可溶性膳食纤维 (SDF) 两类。研究表明, 不溶性膳食纤维对人体的功能主要是作用于肠道产生机械蠕动效果, 对肥胖症、便秘等症状具有辅助疗效; 可溶性膳食纤维对于生理代谢具有一定功效, 能够降低血脂、胆固醇, 防止高血压、心脏病、胆结石等患病率。由于可溶性膳食纤维在人体结肠中几乎被彻底水解, 产生的短链酸比不溶性膳食纤维多, 故对结肠癌的防治效果比不溶性膳食纤维好。因此, 对膳食纤维进行改性, 提高可溶性膳食纤维含量具有重要意义。我国是大豆的主要生产国, 各种大豆制品的加工中都会出现大量的副产物——豆渣。由于豆渣的口感、风味等食用品质差, 多被作为饲料使用或废弃。然而, 豆渣中含有膳食纤维和蛋白质等丰富的营养成分, 对其深度开发, 综合利用, 具有极高的经济价值。本文以带皮豆渣为原料, 通过优化脱腥、纤维素酶酶法改性工艺及参数, 有效去除了豆渣的腥味, 提高了大豆纤维粉中的可溶性膳食纤维含量, 旨在为综合开发大豆食品提供理论依据和技术参考。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与仪器

带皮豆渣 成都香香嘴食品有限公司提供, 其基本成分含量 (%) 以干基计) 如下: 水分 8.3、蛋白质 16.6、粗脂肪 6.8、灰分 3.4、淀粉 4.3、总膳食纤维 59.9、可溶性膳食纤维 4.8; HCl、NaOH、纤维素酶 (酶活为 10000u/g) 南宁庞博生物工程有限公司提供。

KDN-01A 型定氮仪, PHS-2C 型酸度计, RE-52 型旋转蒸发器, SD-1500 型喷雾干燥器, W177 型万能粉碎机, BS224S 型电子天平, 78HW-1 恒温磁力搅拌器, DZKW-4 电子恒温水浴锅, 循环水式多用真空泵, 101 型电热鼓风干燥箱, 实验室其它常用仪器设备。

### 1.2 实验方法

1.2.1 实验工艺 带皮豆渣→酸化处理→加热脱腥→纤维素酶酶解→灭酶中和→浓缩干燥→改性大豆纤维粉

#### 1.2.2 操作要点

1.2.2.1 酸化处理 将豆渣按一定液料比加水混合, 使用 1mol/L HCl 溶液调节豆渣溶液的 pH 至 3~5。

1.2.2.2 加热脱腥 加热豆渣溶液至 60~100℃, 保温 20~60min, 使脂肪氧化酶失活, 去除豆腥味。

1.2.2.3 纤维素酶酶解 使用 1mol/L HCl 或 1mol/L NaOH 溶液调节豆渣溶液的 pH 至纤维素酶作用的范围后加入纤维素酶酶解反应。

1.2.2.4 灭酶中和 将酶解反应后的豆渣溶液加热至 100℃进行 5min 灭酶。豆渣溶液冷却后, 用 1mol/L NaOH 溶液调 pH 至中性。

收稿日期: 2009-10-20 \* 通讯联系人

作者简介: 张文 (1985-), 女, 硕士研究生, 研究方向: 食品加工与保藏应用技术。

1.2.2.5 浓缩干燥 将中和后的豆渣溶液在相同的条件下,使用旋转蒸发器浓缩、喷雾干燥器干燥,制得水分含量为8%左右的改性大豆纤维粉。

1.2.3 脱腥工艺参数的确定 豆渣的腥味物质主要源于其内部的脂肪氧化酶氧化脂肪,产生的各种挥发性物质。通过湿热法使豆渣在酸性溶液中加热一定时间,钝化脂肪氧化酶的活性,去除豆渣的腥味成分,但同时也会影响蛋白质的含量。本实验选取液料比、反应温度、反应时间、pH 四个影响因素进行正交实验,优化脱腥工艺参数,以达到期望的脱腥效果及保全较高的蛋白质含量。实验因素及水平见表1。

表1 正交实验因素水平表

| 水平 | 因素             |               |                 |      |
|----|----------------|---------------|-----------------|------|
|    | A 液料比<br>(w/w) | B 反应温度<br>(℃) | C 反应时间<br>(min) | D pH |
| 1  | 0.5:1          | 60            | 20              | 3.0  |
| 2  | 1:1            | 80            | 40              | 4.0  |
| 3  | 2:1            | 100           | 60              | 5.0  |

1.2.4 酶法改性工艺参数的确定 单因素及水平见表2。在单因素实验的基础上,根据 Box-Behnken 的中心组合实验设计原则,选择影响改性大豆纤维粉 SDF 得率的四个因素:纤维素酶浓度、酶解时间、酶解温度、酶解 pH, 分别以  $X_1$ 、 $X_2$ 、 $X_3$  和  $X_4$  表示,以 SDF 得率( $Y_1$ )为响应值,实验设计见表3。

表2 单因素及水平

| 因素      | 水平                          |
|---------|-----------------------------|
| 酶浓度(%)  | 0.2,0.6,1.0,1.4,1.8,2.2     |
| 酶解时间(h) | 1,2,3,4,5,6                 |
| 酶解温度(℃) | 30,40,50,60,70,80           |
| 酶解 pH   | 3.5,4.0,4.5,5.0,5.5,6.0,6.5 |

表3 响应面实验设计

| 水平 | 因素               |                   |                   |                |
|----|------------------|-------------------|-------------------|----------------|
|    | $X_1$ 酶浓度<br>(%) | $X_2$ 酶解时间<br>(h) | $X_3$ 酶解温度<br>(℃) | $X_4$ 酶解<br>pH |
| -1 | 1.0              | 2.5               | 45                | 4.5            |
| 0  | 1.5              | 3.0               | 50                | 5.0            |
| 1  | 2.0              | 3.5               | 55                | 5.5            |

### 1.3 测定方法

水分含量按 GB/T5009.3 中规定的方法测定;灰分含量按 GB/T5009.4 中规定的方法测定;淀粉含量按 GB/T 5009.9 中规定的方法测定;蛋白质含量按 GB/T 5009.5 中规定的方法测定;粗脂肪含量按 GB/T 5009.6 中规定的方法测定;总膳食纤维含量按 GB/T 5009.88 中规定的方法测定;可溶性膳食纤维含量参照文献[3-4]给出的方法测定,其得率按下式计算得到:

可溶性膳食纤维得率 = (可溶性膳食纤维含量/总膳食纤维含量) × 100%

### 1.4 感官评价方法

准确称取干燥的脱腥豆渣粉 10g 装入 100mL 烧杯中,加入 50mL 水,搅拌均匀。由 7 名专业人员对豆渣脱腥效果进行感官评定。豆渣脱腥效果的感官指标及评分标准见表4。

表4 豆渣脱腥效果感官指标及评分标准

| 感官指标 | 评分标准    |          |           |       |
|------|---------|----------|-----------|-------|
|      | 8~10    | 6~7      | 4~5       | <4    |
| 气味   | 无豆腥味和异味 | 略有豆腥味或异味 | 有明显豆腥味或异味 | 豆腥味严重 |

## 2 结果与分析

### 2.1 脱腥工艺参数确定

脱腥工艺参数的正交实验结果见表5。

表5  $L_9$  正交实验结果

| 实验号   | A     | B     | C     | D     | 感官评分 | 蛋白质含量(%) | 综合评分 = 感官评分 × 0.5 + 蛋白质含量 × 0.5 |
|-------|-------|-------|-------|-------|------|----------|---------------------------------|
| 1     | 1     | 1     | 1     | 1     | 7.5  | 15.3     | 11.4                            |
| 2     | 1     | 2     | 2     | 2     | 8.0  | 15.6     | 11.8                            |
| 3     | 1     | 3     | 3     | 3     | 8.0  | 15.4     | 11.7                            |
| 4     | 2     | 1     | 2     | 3     | 9.0  | 15.9     | 12.5                            |
| 5     | 2     | 2     | 3     | 1     | 8.5  | 14.3     | 11.4                            |
| 6     | 2     | 3     | 1     | 2     | 7.5  | 15.5     | 11.5                            |
| 7     | 3     | 1     | 3     | 2     | 8.5  | 15.3     | 11.9                            |
| 8     | 3     | 2     | 1     | 3     | 7.0  | 15.8     | 11.4                            |
| 9     | 3     | 3     | 2     | 1     | 8.5  | 14.5     | 11.5                            |
| $K_1$ | 34.9  | 35.8  | 34.3  | 34.3  |      |          |                                 |
| $K_2$ | 35.4  | 34.6  | 35.8  | 35.2  |      |          |                                 |
| $K_3$ | 34.8  | 34.7  | 35.0  | 35.6  |      |          |                                 |
| $k_1$ | 11.6  | 11.9  | 11.4  | 11.4  |      |          |                                 |
| $k_2$ | 11.8  | 11.5  | 11.9  | 11.7  |      |          |                                 |
| $k_3$ | 11.6  | 11.6  | 11.7  | 11.9  |      |          |                                 |
| R     | 0.2   | 0.3   | 0.5   | 0.5   |      |          |                                 |
| 较好水平  | $A_2$ | $B_1$ | $C_2$ | $D_3$ |      |          |                                 |

分析表5可知,9个实验样品中,综合指标最高的为4号试样。故脱腥工艺优化参数为:液料比1:1,反应温度 60℃,反应时间 40min, pH5.0。因素影响程度为:反应 pH = 反应时间 > 反应温度 > 液料比。

### 2.2 酶法改性单因素实验

在预实验获得基本数据的基础上进行单因素实验。

2.2.1 纤维素酶浓度对 SDF 得率的影响 确定酶解时间 2.5h、酶解温度 50℃、pH5.0 时,不同纤维素酶浓度对改性大豆纤维粉 SDF 得率的影响结果见图1。由图1可知,在酶浓度小于 1.0% 时,随着酶浓度的增加,SDF 得率呈递增趋势;当酶浓度大于 1.0% 时,SDF 得率增加趋势不显著。这是因为纤维素酶能够降解膳食纤维中的不溶性膳食纤维(IDF),使其分子链被切断,分子量降低,溶解度由此发生改变,一部分 IDF 变成 SDF,从而使 SDF 得率增加;随着纤维素酶添加量的增加,依据酶作用底物的原理,酶量的增大使得单位酶作用底物减少,从而 SDF 得率趋缓。因此,优化实验中选取 1.5% 左右的酶浓度作为实验水平,纤维素酶添加量在 1%~2% 范围选取。

2.2.2 纤维素酶酶解时间对 SDF 得率的影响 确定酶浓度为 0.15%、酶解温度 50℃、pH5.0 时,不同酶解时间对改性大豆纤维粉 SDF 得率的影响结果见图2。由图2可知,酶法改性后的 SDF 得率随酶解时间呈递增趋势,酶解时间在 3h 之内 SDF 得率增加显著,

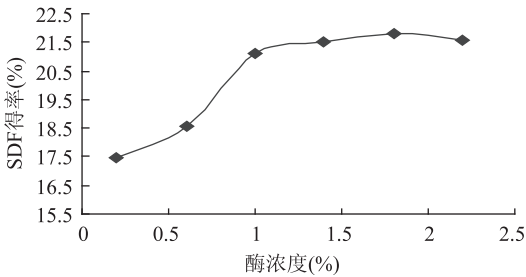


图1 酶浓度对 SDF 得率的影响

3h 后趋于平缓。因此,确定纤维素酶酶解时间在 2.5~3h 内为优化实验水平。

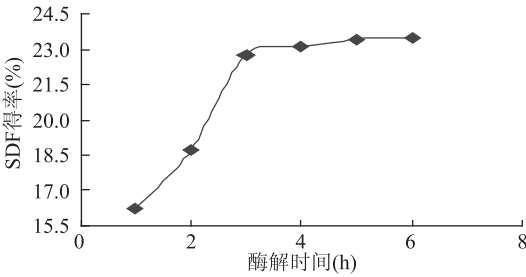


图2 酶解时间对 SDF 得率的影响

2.2.3 纤维素酶酶解温度对 SDF 得率的影响 确定酶浓度 0.15%、酶解时间为 2.5h、pH5.0 时,不同酶解温度对改性大豆纤维粉 SDF 得率的影响结果见图 3。由图 3 可知,酶解温度小于 50℃ 时,SDF 得率随酶解温度升高而增大;温度大于 50℃ 时,SDF 得率呈急剧递减趋势。因此,优化实验确定酶解温度范围为 45~55℃。

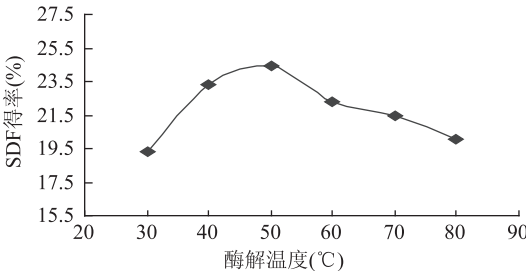


图3 酶解温度对 SDF 得率的影响

2.2.4 纤维素酶酶解 pH 对 SDF 得率的影响 确定酶浓度 0.15%、酶解时间为 2.5h、温度为 50℃ 时,不同酶解 pH 对改性大豆纤维粉 SDF 得率的影响结果见图 4。由图 4 可知,当 pH 小于 5 时,SDF 得率随 pH 的增大而增加;pH 大于 5 时,SDF 含量开始急剧递减,即 pH5 是最适的酶解 pH。

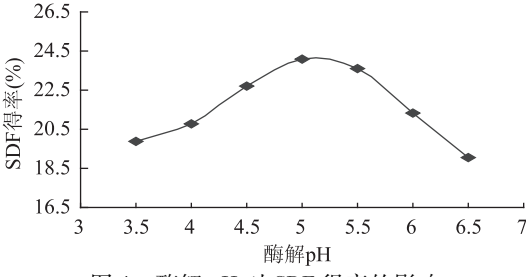


图4 酶解 pH 对 SDF 得率的影响

2.3 酶法改性的工艺参数优化结果

2.3.1 响应面法实验设计及结果 响应面实验设计及结果见表 6。

表 6 响应面实验设计及结果

| 实验号 | X <sub>1</sub> | X <sub>2</sub> | X <sub>3</sub> | X <sub>4</sub> | Y <sub>1</sub> SDF 得率 (%) |
|-----|----------------|----------------|----------------|----------------|---------------------------|
| 1   | -1             | -1             | 0              | 0              | 21.3                      |
| 2   | -1             | 1              | 0              | 0              | 21.1                      |
| 3   | 1              | -1             | 0              | 0              | 22.5                      |
| 4   | 1              | 1              | 0              | 0              | 22.3                      |
| 5   | 0              | 0              | -1             | -1             | 23.1                      |
| 6   | 0              | 0              | -1             | 1              | 23.4                      |
| 7   | 0              | 0              | 1              | -1             | 23.6                      |
| 8   | 0              | 0              | 1              | 1              | 23.9                      |
| 9   | -1             | 0              | 0              | -1             | 22.7                      |
| 10  | -1             | 0              | 0              | 1              | 22.5                      |
| 11  | 1              | 0              | 0              | -1             | 23.1                      |
| 12  | 1              | 0              | 0              | 1              | 23.3                      |
| 13  | 0              | -1             | -1             | 0              | 22.8                      |
| 14  | 0              | -1             | 1              | 0              | 23.0                      |
| 15  | 0              | 1              | -1             | 0              | 23.0                      |
| 16  | 0              | 1              | 1              | 0              | 23.0                      |
| 17  | -1             | 0              | -1             | 0              | 21.9                      |
| 18  | -1             | 0              | 1              | 0              | 21.7                      |
| 19  | 1              | 0              | -1             | 0              | 22.7                      |
| 20  | 1              | 0              | 1              | 0              | 22.8                      |
| 21  | 0              | -1             | 0              | -1             | 23.2                      |
| 22  | 0              | -1             | 0              | 1              | 23.2                      |
| 23  | 0              | 1              | 0              | -1             | 23.4                      |
| 24  | 0              | 1              | 0              | 1              | 23.9                      |
| 25  | 0              | 0              | 0              | 0              | 24.7                      |
| 26  | 0              | 0              | 0              | 0              | 24.6                      |
| 27  | 0              | 0              | 0              | 0              | 24.7                      |

2.3.2 回归模型的建立与显著性检验 采用 SAS 软件通过其响应回归过程 (RSREG) 进行数据分析,建立 SDF 得率的回归模型。二次回归模型参数见表 7。由表 7 得到影响 SDF 得率的数学模型为:

表 7 二次回归模型参数

| 变量                            | 非标准化系数   | T 检验   | P 检验    |
|-------------------------------|----------|--------|---------|
| X <sub>1</sub>                | 16.692   | 3.81   | 0.0025  |
| X <sub>2</sub>                | 24.5     | 5.09   | 0.0003  |
| X <sub>3</sub>                | 3.135    | 5.50   | 0.0001  |
| X <sub>4</sub>                | 6.107    | 1.07   | 0.3051  |
| X <sub>1</sub> X <sub>1</sub> | -6.615   | -14.14 | <0.0001 |
| X <sub>2</sub> X <sub>1</sub> | 0.02     | 0.04   | 0.9711  |
| X <sub>2</sub> X <sub>2</sub> | -4.235   | -9.05  | <0.0001 |
| X <sub>3</sub> X <sub>1</sub> | 0.033    | 0.61   | 0.5527  |
| X <sub>3</sub> X <sub>2</sub> | -0.027   | -0.50  | 0.6263  |
| X <sub>3</sub> X <sub>3</sub> | -0.031   | -6.71  | <0.0001 |
| X <sub>4</sub> X <sub>1</sub> | 0.47     | 0.87   | 0.4014  |
| X <sub>4</sub> X <sub>2</sub> | 0.47     | 0.87   | 0.4014  |
| X <sub>4</sub> X <sub>3</sub> | 0.011    | 0.20   | 0.8421  |
| X <sub>4</sub> X <sub>4</sub> | -0.86    | -1.84  | 0.0909  |
| 常数                            | -120.002 | -4.20  | 0.0012  |
| 相关系数 R <sup>2</sup> (%)       |          | 95.93  |         |

$$Y_1 = -120.002 + 16.692X_1 + 24.5X_2 + 3.135X_3 + 6.107X_4 - 6.615X_1^2 + 0.02X_1X_2 + 0.033X_1X_3 + 0.47X_1X_4 - 4.235X_2^2 - 0.027X_2X_3 + 0.47X_2X_4 - 0.031X_3^2 + 0.011X_3X_4 - 0.86X_4^2$$

由表 7 可知,酶解温度和酶解时间对改性大豆纤维粉 SDF 得率的影响最为显著(分别为 P = 0.0001

(下转第 272 页)

+ 德氏乳酸菌样品中以有机酸类、酮类、酯类、烯烃类、杂环类物质增加为主,生香酵母 + 德氏乳酸菌 + 根霉样品中以有机酸类、烯烃类、酯类物质增加为主。

有机酸可以减少卷烟杂气和刺激,提高细腻度和圆润感,改善余味。杂环类是烟草中重要的增香物质,可以有效提高卷烟的丰满度和透发性。新植二烯是烟草中最重要的潜香类物质,在卷烟燃烧时可以裂解成多种香气物质。酯类物质香气清灵、轻扬、飘逸,能有效地去除卷烟的浊气和杂气、改善内在物质;醇类物质能有效的减少卷烟中的刺激性气味,使吸味柔和;酮类物质能调和烟香,增加烟气的津甜感,改进吸味<sup>[4]</sup>。

正是以上醇类、烯烃类、有机酸类、酮类、酯类、杂环类物质的增加,使微生物发酵后制备的烟草香料在评吸中香气、烟气、口感特性方面都比没经微生物发酵的要好,起到降低卷烟杂气、醇和烟气,提高舒适度,增加烟香丰满度的目的,尤其是生香酵母 + 德氏乳酸菌样品中的各种致香成分增加的最多。

### 3 结论

本研究利用纤维素酶、液化酶和糖化酶处理制

备的烟用香料,比原来没有经过酶处理制备的,在香气、口感方面都有一定的提高。以多种微生物组合发酵处理酶解烟叶制备的烟用香料,无论在香气、口感等方面都有显著的提高,以生香酵母 + 德氏乳酸、生香酵母 + 德氏乳酸菌 + 根霉两个组合的总体评吸效果最好,增香效果明显,并对其致香成分进行了分析。发现醇类、烯烃类、有机酸类、酮类、酯类、杂环类等物质含量及种类与对照相比,都有很大的提高和增加。本研究所制备的天然烟草香料在改善卷烟香气、烟气、口感特性等方面的效果显著。以酶制剂处理与微生物发酵处理烟叶废次物制备的天然烟叶香料具有很好的应用前景。

### 参考文献

- [1] 彭靖里,马敏象,吴绍情,等.论烟草废弃物的综合利用技术及其发展前景[J].中国资源综合利用,2001,12(8):18-20.
- [2] 张立昌.烟叶酶处理的作用效果[J].烟草科技,2001(4):7-9.
- [3] 马林.利用生物技术改变烟叶化学组分提高其吸食品质和安全性的研究[J].郑州工程学院学报,2001,22(3):40-42.
- [4] 杨虹,苏国岁.烟用香精的 GC-MS 指纹图谱[J].分析测试学报,2004(S1):278-279.

(上接第 267 页)

和  $P = 0.0003$ ),酶浓度对 SDF 得率的影响较显著 ( $P = 0.0025$ ),而酶解 pH 对 SDF 得率的影响不显著 ( $P > 0.1$ ),4 个因素的交叉项影响不显著 ( $P > 0.1$ )。表明 4 个影响因素单独变化均会使改性大豆纤维粉 SDF 得率发生明显变化。整个模型的相关系数  $R^2$  为 95.93%,说明回归模型对实验数据拟合程度高,因此可用此模型对实验进行分析预测。

酶浓度和酶解 pH 对改性大豆纤维粉 SDF 得率影响不显著,因此选为定值,对回归模型进行降维分析,得到酶解时间和酶解温度对改性大豆纤维粉 SDF 得率的响应曲面如图 5。由图 5 可知,回归模型呈一较平缓的抛物曲面,存在最大稳定点,由其稳定点处的估计值得到的酶法优化工艺条件为:纤维素酶浓度 1.57%、酶解时间 3.02h、酶解温度 50.35℃ 和酶解 pH5.13,此时 SDF 得率最高为 24.7%。

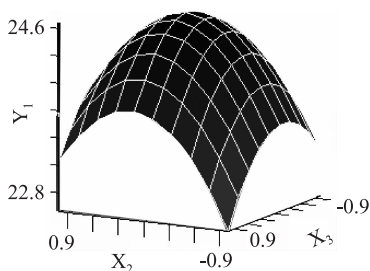


图 5 酶解时间和酶解温度

对改性大豆纤维粉 SDF 得率的响应曲面

2.3.3 改性大豆纤维粉基本成分的测定结果 按优化出的酶法改性工艺及参数制得的改性大豆纤维粉的基本成分测定结果见表 8。比较表 8 和带皮豆渣的基本成分可知,改性大豆纤维粉较带皮豆渣原料:蛋白质含量损失 1.7%,灰分含量增加 2.3%,总膳食

纤维含量增加 0.3%,SDF 含量增加 10.3%。说明纤维素酶对大豆纤维粉的改性作用显著。

表 8 改性大豆纤维粉的基本成分

| 成分     | 水分  | 蛋白质  | 粗脂肪 | 灰分  | 淀粉  | 总膳食纤维 | 可溶性膳食纤维 |
|--------|-----|------|-----|-----|-----|-------|---------|
| 含量 (%) | 8.3 | 14.9 | 6.4 | 5.7 | 4.0 | 61.2  | 15.1    |

### 3 结论

3.1 以带皮豆渣为原料,通过酸性湿热法脱腥、纤维素酶法改性处理,能有效去除豆渣的腥味和提高大豆纤维粉中的可溶性膳食纤维含量。

3.2 采用湿热法能有效去除豆渣的腥味,通过正交实验优化的豆渣脱腥工艺参数为:液料比 1:1,反应温度 60℃,反应时间 40min, pH5.0。

3.3 采用纤维素酶酶解脱腥豆渣制得的改性大豆纤维粉 SDF 得率为 24.7%。通过响应面分析法优化的酶法改性工艺参数为:酶浓度 1.57%,酶解时间 3.02h,酶解温度 50.35℃,酶解 pH5.13。

### 参考文献

- [1] Washington DC. Dietary reference intakes proposed definition of dietary fibre [M]. National Academy Press, 2001:1-64.
- [2] 涂宗财,李金林,等.利用豆渣生产高活性膳食纤维的研究[J].食品科学,2006(7):144-145.
- [3] Araceli Redondo - Cuenca, M José Villanueva - Suárez, Inmaculada Mateos - Aparicio. Soybean seeds and its by-product okara as sources of dietary fibre measurement by AOAC and Englyst methods[J]. Food Chemistry, 2008(3):1099-1105.
- [4] E Manas Bravo, F Saura - Calixto. Sources of error in dietary fibre analysis[J]. Food Chemistry, 1994(4):331-342.