

TỐI ƯU HÓA CÁC ĐIỀU KIỆN XỬ LÝ NHIỆT-ẨM ĐỂ THU NHẬN HÀM LƯỢNG TINH BỘT KHÁNG TIÊU HÓA CAO NHẤT TỪ TINH BỘT HẠT MÍT BẰNG PHƯƠNG PHÁP BỀ MẶT ĐÁP ỨNG

OPTIMIZATION OF HEAT-MOISTURE TREATMENT CONDITIONS TO OBTAIN THE HIGHEST RESISTANT STARCH CONCENTRATION FROM JACKFRUIT SEED STARCH USING THE SURFACE METHOD

Hồ Thị Hảo^{1*}, Đặng Minh Nhật², Mạc Thị Hà Thanh²

¹Trường Đại học Tây Nguyên, Việt Nam

²Trường Đại học Bách khoa - Đại học Đà Nẵng, Việt Nam

*Tác giả liên hệ / Corresponding author: hothihaotnu@gmail.com

(Nhận bài / Received: 27/02/2024; Sửa bài / Revised: 06/5/2024; Chấp nhận đăng / Accepted: 08/5/2024)

Tóm tắt - Nghiên cứu này tập trung vào việc tối ưu hóa điều kiện xử lý nhiệt-ẩm để tăng hàm lượng tinh bột kháng tiêu hóa loại 3 (RS3 – là tinh bột đã biến tính bằng phương pháp vật lý như xử lý nhiệt) của tinh bột hạt mít. Bằng cách sử dụng thiết kế Box-Behnken và phân tích bề mặt đáp ứng, các điều kiện tối ưu đã được xác định để đạt được hàm lượng RS3 cao nhất. Kết quả cho thấy, hàm lượng RS3 dự đoán tối đa của tinh bột hạt mít sau khi qua xử lý là 82%, với điều kiện tối ưu bao gồm độ ẩm mẫu 21%, nhiệt độ gia nhiệt 111°C, và thời gian ủ 12 giờ. Khi thực hiện thí nghiệm dưới điều kiện tối ưu, hàm lượng RS thực nghiệm đạt được là 82,2%, cao hơn không đáng kể so với dự đoán. Điều này cho thấy, mô hình đã được xây dựng là hợp lệ và đáng tin cậy. Kết quả cũng cho thấy, hàm lượng RS3 tạo thành sau quá trình xử lý nhiệt-ẩm cao hơn khoảng 20% so với hàm lượng RS ban đầu của tinh bột hạt mít (63,47%).

Từ khóa - tinh bột hạt mít; tinh bột kháng; xử lý nhiệt ẩm; phương pháp bề mặt

1. Đặt vấn đề

Tinh bột kháng tiêu hóa (RS) đang thu hút sự quan tâm lớn trong việc cải thiện chất lượng dinh dưỡng và sức khỏe của thực phẩm. RS là tinh bột không thể tiêu hóa trong ruột non, nhưng lại được lên men trong ruột kết, không chỉ cung cấp năng lượng mà còn cải thiện sự hấp thụ chất xơ và tăng cường sức khỏe cho đường ruột [1]. Nhiều nghiên cứu cho thấy, RS có thể tăng độ giòn của thực phẩm, giảm lượng dầu thừa trong các thực phẩm chiên rán, và tăng cường chất xơ trong chế độ ăn kiêng [2]. Đặc biệt, việc điều chỉnh các điều kiện xử lý như độ ẩm, pH, nhiệt độ và thời gian gia nhiệt có thể tăng hàm lượng RS lên đến 30%, làm cho sản phẩm cuối cùng trở nên giàu dinh dưỡng hơn và hấp dẫn hơn. Các tính chất vật lý của RS, đặc biệt là khả năng giữ nước thấp, đã được chứng minh giúp cải thiện kết cấu của sản phẩm cuối cùng. Điều này làm cho RS trở thành một thành phần quan trọng để tăng cường giá trị dinh dưỡng của thực phẩm và cũng giúp giảm nguy cơ mắc các bệnh mãn tính như tiểu đường và béo phì [1].

Tinh bột tự nhiên trong ngành công nghiệp thực phẩm có những hạn chế như sự không ổn định nhiệt và tỷ lệ thoái hóa cao trong quá trình bảo quản. Do đó, cần tìm cách cải

Abstract - This study focuses on optimizing heat-moisture treatment conditions to increase the content of resistant starch type 3 (RS3 - starch modified by physical methods such as heat treatment) of jackfruit seed starch. Using Box-Behnken design and response surface analysis, optimal conditions were determined to achieve the highest RS3 content. The results show that, the maximum predicted RS3 content of jackfruit seed starch after treatment is 82%, with optimal conditions including sample moisture of 21%, heating temperature of 111°C, and time Incubate 12 hours. When experimenting with optimal conditions, the experimental RS content achieved was 82.2%, not significantly higher than predicted. This shows that, the model that has been built is valid and reliable. The results also show that, the RS3 content formed after heat-moisture treatment is about 20% higher than the initial RS content of jackfruit seed starch (63.47%).

Key words - jackfruit seed starch; resistant starch; moist heat treatment; surface method.

thiện và biến tính tinh bột để nâng cao hiệu suất và áp dụng trong các sản phẩm thực phẩm. Các phương pháp biến tính, bao gồm cả phương pháp vật lý, hóa học và enzyme, đều đã được nghiên cứu và áp dụng để cải thiện tính chất của tinh bột [3]. Việc biến tính tinh bột bằng phương pháp vật lý như tiền hồ hóa, xử lý nhiệt ẩm, ủ, cắt hoặc bức xạ, đã thu hút sự chú ý bởi tính tự nhiên và độ an toàn cao hơn so với các phương pháp hóa học. Các phương pháp này không chỉ giúp cải thiện tính ổn định nhiệt và mức độ thoái hóa của tinh bột mà còn tạo ra các sản phẩm thực phẩm "sạch", thân thiện với môi trường [4]. Ngoài ra, các biến đổi cấu trúc tinh bột cũng có thể ảnh hưởng đến khả năng tiêu hóa và hấp thụ. Tùy thuộc vào cấu trúc và nguồn gốc của tinh bột, chúng được phân loại thành tinh bột tiêu hóa nhanh (RDS), tinh bột tiêu hóa chậm (SDS) và tinh bột kháng tiêu hóa (RS) [5]. Các loại tinh bột này ảnh hưởng khác nhau đến cường độ và tốc độ tăng đường huyết, với SDS có thể có lợi cho người mắc bệnh tiểu đường và tim mạch, trong khi RS có thể giảm nguy cơ mắc các bệnh như ung thư ruột kết và tăng cường sức khỏe tim mạch [6], [7].

Phương pháp xử lý thủy nhiệt, đặc biệt là phương pháp xử lý nhiệt ẩm (HMT), là một trong những phương pháp

¹ Tay Nguyen University, Vietnam (Ho Thi Hao)

² The University of Danang - University of Science and Technology, Vietnam (Dang Minh Nhật, Mac Thi Ha Thanh)

vat lý phổ biến được sử dụng để điều chỉnh các đặc tính của tinh bột trong ngành công nghiệp thực phẩm. HMT được thực hiện ở điều kiện độ ẩm tương đối thấp, thường dưới 35%, và ở nhiệt độ cao, thường từ 90-120°C. Phương pháp này giúp cải thiện các đặc tính của tinh bột mà không gây hỏng cấu trúc của hạt tinh bột. Cụ thể, HMT đã được chứng minh là cải thiện độ ổn định nhiệt của tinh bột, tăng nhiệt độ hồ hóa và giảm khả năng trương nở của nhiều loại tinh bột như tinh bột khoai tây, lúa miến và kiều mạch [8]. Nó cũng có thể tăng độ kết tinh tương đối và tính hồ hóa của tinh bột lúa mì và lúa mạch [9]. Ngoài ra, HMT tạo điều kiện thuận lợi cho sự hình thành tinh bột kháng trong ngô và đậu, đóng vai trò quan trọng trong việc tạo ra các sản phẩm thực phẩm có chất lượng cao và tăng tính ổn định về cấu trúc hạt tinh bột [10].

Phương pháp bề mặt đáp ứng (Response surface methodology - RSM) là một phương pháp thống kê để giải quyết các yếu tố đa biến. Dữ liệu cụ thể thu được thông qua bài kiểm tra và một phương trình bậc hai đa thức được sử dụng để khớp với mối quan hệ chức năng giữa các biến và đối tượng phản hồi. Phương trình đa thức phù hợp được phân tích để tìm ra các tham số quá trình tối ưu. Wang và các cộng sự đã phát triển và tối ưu hóa một phương pháp mới để chiết xuất tinh bột kiwi bằng enzyme hỗ trợ siêu âm bằng RSM [11]. Kaur và các cộng sự điều chế RS từ vỏ chuối xanh với sự hỗ trợ của siêu âm chiết xuất enzyme. Ảnh hưởng của các thông số quy trình như thời gian xử lý, nhiệt độ và tỷ lệ chất lỏng-rắn đối với sản lượng RS đã được nghiên cứu bằng cách sử dụng RSM và thiết kế Box-Behnken [12]. RSM không chỉ đưa ra quy trình tối ưu mà còn phân tích sâu hơn về mức độ mà các yếu tố khác nhau ảnh hưởng đến tính chất của tinh bột. Tuy nhiên, có rất ít báo cáo về việc ứng dụng RSM để phân tích quá trình thu nhận tinh bột kháng từ hạt mít bằng phương pháp xử lý nhiệt ẩm và hướng nghiên cứu này rất có giá trị. Trong nghiên cứu này, tinh bột hạt mít biến tính bằng cách ủ mẫu ở các khoảng nhiệt độ từ 80-120°C với độ ẩm mẫu từ 20-35% cùng các mốc thời gian 6 giờ, 12 giờ và 16 giờ. Các yếu tố ảnh hưởng đến RS3 tạo thành đã được tối ưu hóa bằng thử nghiệm đơn biến và RSM nhằm thu được RS3 là cao nhất.

2. Phương pháp nghiên cứu

2.1. Đối tượng

Hạt mít Thái lá bằng được thu nhận trên địa bàn tỉnh Daklak, rửa sạch và thu nhận tinh bột bằng phương pháp của Wang và cộng sự [13]. Bộ xét nghiệm tinh bột kháng Megazyme được mua từ Megazyme Int. Ireland Ltd., Co. (Wicklow, Ireland). Tất cả các thuốc thử khác đều đạt chỉ tiêu phân tích.

2.2. Phương pháp nghiên cứu

2.2.1. Xác định hàm lượng tinh bột kháng tiêu hóa

Hàm lượng tinh bột kháng tiêu hóa được phân tích bằng phương pháp AOAC 2002.02. Cân 0,1gam mẫu tinh bột thêm vào ống nghiệm với dung dịch đệm natri acetat 0,1M (pH 4,5), bổ sung α -amylase tụy lợn và amyloglucosidase từ *Aspergillus niger*, lắc trộn bằng máy vortex và thủy phân trong bể cách thủy lắc ở 37°C trong 16 giờ. Dùng phân ứng bằng cách thêm etanol hoặc cồn, phân tinh bột

kháng được thu hồi bằng cách ly tâm. Các phần lỏng gộp lại để định lượng tinh bột tiêu hóa (DS). Phần cặn được làm ráo trong không khí, hòa tan bằng KOH 2M trong môi trường nước đá và khuấy từ, sau đó thêm dung dịch đệm acetate pH 3,8 vào để điều chỉnh độ pH về khoảng 4,5. Dư lượng tinh bột phân tán chính là lượng RS thủy phân bằng cách sử dụng amyloglucosidase trong bể cách thủy lắc ở 37°C trong 30 phút, tiếp tục pha loãng mẫu thành 100ml. Độ hấp thụ của glucose được xác định bằng thuốc thử glucose oxidase-peroxidase (GOPOD) ở bước sóng 510 nm, qua đó so với mẫu chuẩn xác định hàm lượng tinh bột RS. Hàm lượng RS được tính là hàm lượng glucose $\times 0,9$. Tổng hàm lượng tinh bột của mẫu được lấy bằng tổng DS và RS [14].

2.2.2. Bố trí thí nghiệm

Độ ẩm tinh bột hạt mít ban đầu được xác định khoảng 11%, được điều chỉnh bằng cách thêm nước để thu được mẫu tinh bột có độ ẩm lần lượt là 20, 25, 30 và 35% w/w. Cân 10 gam cho mỗi mẫu phân tích. Mẫu được đặt trong một chén sứ hoặc khay nhỏ bằng thép không gỉ. Các mẫu lần lượt làm nóng trong lò không khí nóng ở các khoảng nhiệt độ 80°C, 90°C, 100°C, 110°C, 120°C trong thời gian 6 giờ, 12 giờ, 16 giờ. Vậy tổng cộng có 75 mẫu (cả mẫu đối chứng), sau đó các mẫu được sấy ở nhiệt độ 40°C trong thời gian 48 giờ. Các mẫu thu được đều được gán mã [độ ẩm (%) - nhiệt độ(°C) - thời gian(h)]. Cuối cùng là xác định hàm lượng RS thu được bằng phương pháp AOAC 2002.02 [15].

2.2.3. Thiết kế thí nghiệm và phân tích thống kê

Phương pháp bề mặt đáp ứng (RSM) là một tập hợp các kỹ thuật toán học và thống kê được sử dụng để lập mô hình và phân tích các vấn đề trong đó một đối tượng phản hồi bị ảnh hưởng bởi một số biến và mục tiêu của kỹ thuật này là tối ưu hóa đối tượng phản hồi này [16]. Khảo sát các yếu tố ảnh hưởng đến hàm lượng tinh bột kháng tạo thành bao gồm thời gian ủ (giờ), độ ẩm mẫu (%) và nhiệt độ gia nhiệt (°C), được chọn dựa trên kết quả của thử nghiệm một yếu tố làm biến số chính để phân tích. Phương trình bậc hai đa thức được sử dụng để đánh giá mối quan hệ toán học giữa các biến và đối tượng phản ứng.

$$Y = B_0 + B_1X_1 + B_2X_2 + B_3X_3 + B_{12}X_1X_2 + B_{13}X_1X_3 + B_{23}X_2X_3 + B_1^2X_1^2 + B_2^2X_2^2 + B_3^2X_3^2$$

Trong đó, Y là hàm lượng RS; X_1 , X_2 và X_3 lần lượt là thời gian ủ (giờ), độ ẩm mẫu (%) và nhiệt độ gia nhiệt (°C); B_0 là hệ số chặn; B_1 , B_2 và B_3 là các hệ số tuyến tính; B_{12} , B_{13} và B_{23} là hệ số tương tác; và B_1^2 , B_2^2 và B_3^2 là các hệ số bậc hai. Các hệ số này lần lượt biểu thị hiệu ứng tuyến tính, bậc hai và tương tác của các biến. Phương trình đa thức phù hợp được tính toán để trực quan hóa mối quan hệ giữa mức độ đáp ứng và mức độ thử nghiệm của từng yếu tố và để suy ra các điều kiện tối ưu. Từ đó ta lập được các bảng phân tích phương sai (ANOVA) và xác định các hệ số hiệu ứng và hồi quy của các thuật ngữ tuyến tính, bậc hai và tương tác riêng lẻ. Các hệ số hồi quy sau đó được sử dụng để tính toán thống kê.

2.2.4. Phương pháp xử lý số liệu

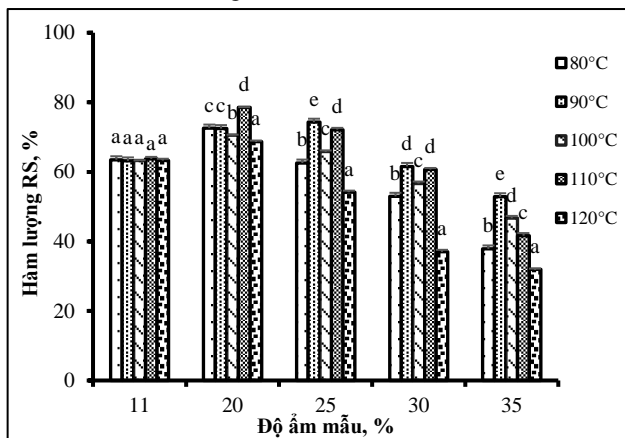
Kết quả thí nghiệm được tiến hành với 3 lần lặp lại và xử lý thống kê trên phần mềm Microsoft Excel 2016 và Statgraphic Centurion 19.1.2. Các số liệu biểu diễn giá trị

trung bình của 3 lần lặp lại \pm độ lệch chuẩn với mức ý nghĩa $p \leq 5\%$. Dữ liệu và biểu đồ tối ưu được xử lý trên phần mềm Design Expert 12.

3. Kết quả và thảo luận

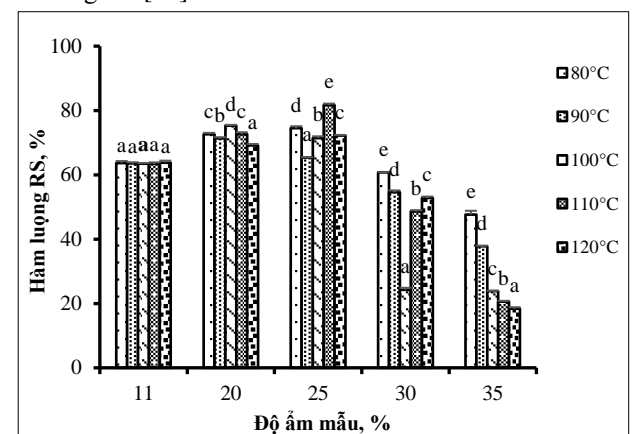
3.1. Khảo sát thời gian ủ

Ở mẫu có độ ẩm 11%, khi ủ trong thời gian 6 giờ ở các khoảng nhiệt độ khác nhau thì hàm lượng RS giảm không đáng kể, mẫu bột ủ ở nhiệt độ càng cao thì màu bột tối dần, độ ẩm giảm. Khi mẫu có độ ẩm 20% thì hàm lượng RS tăng đáng kể, cao nhất là ở 110°C, RS lên đến 78,35%, tăng 14,87% so với mẫu đối chứng (63,48%). Khi ủ ở 120°C thì RS giảm xuống còn 68,28% nhưng vẫn cao hơn so với mẫu ban đầu. Đối với các mẫu có độ ẩm tăng dần thì hàm lượng RS giảm dần khi ủ ở các khoảng nhiệt độ khác nhau (Hình 1).



Hình 1. Biểu đồ thể hiện sự thay đổi RS qua quá trình ủ 6 giờ. Các chữ cái khác nhau trong cùng một nhóm độ ẩm có ý nghĩa khác nhau với độ tin cậy là 95%

HMT làm tăng hàm lượng RS trong tinh bột kiều mạch lên 103,45% [18], 184,58% trong tinh bột lúa mạch [19] và 152,96% trong bột kê đuôi chồn [20]. Hàm lượng ẩm có vai trò quan trọng trong việc hình thành RS đối với phương pháp HMT. Điều này đã được chứng minh rằng do nước có thể tạo phân tử liên kết hydro trong hạt tinh bột và làm thay đổi cấu trúc chuỗi phân tử tạo thành chuỗi xoắn kép, do đó chất giữ nước của tinh bột trước khi biến tính có thể được tối ưu hóa để tạo ra RS tối đa, và khi bột có độ ẩm càng cao có thể ảnh hưởng đến việc tạo chuỗi xoắn kép làm cho RS giảm dần [19], [21]. Còn theo nghiên cứu của Hoover và Vasanthan [21] cho rằng, phương pháp ủ làm tăng mức độ kết tinh dạng hạt cũng như thứ tự của chuỗi tinh bột ở dạng tinh thể; các thành phần tinh bột tương tác và tạo hạt có tính ổn định cao hơn, do đó khả năng hòa tan và trương nở của tinh bột giảm đồng thời hạt tinh bột chống lại sự thủy phân của enzyme. Chính vì vậy mà hàm lượng RS tăng lên [22].



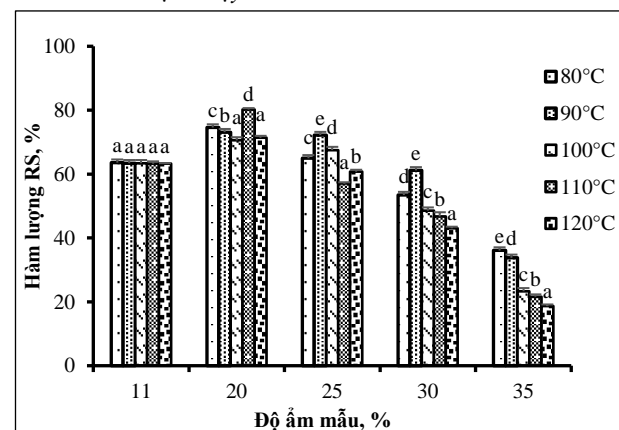
Hình 3. Biểu đồ thể hiện sự thay đổi RS qua quá trình ủ 16 giờ. Các chữ cái khác nhau trong cùng một nhóm độ ẩm có ý nghĩa khác nhau với độ tin cậy là 95%

Khi tăng thời gian ủ lên 16 giờ, đối với mẫu có độ ẩm 10% thì hàm lượng RS không có sự chênh lệch, nhưng khi độ ẩm mẫu tăng đến 20% và 25% thì RS tăng lên đáng kể, cao nhất là mẫu 25% và ủ 16 giờ ở nhiệt độ 110°C, RS đạt 81,32% (Hình 3). Khi độ ẩm mẫu tiếp tục tăng lên 30 và 35% thì hàm lượng RS giảm đáng kể. Kết quả này tương thích với nghiên cứu đối với hàm lượng RS của đậu lăng, tinh bột đậu hải quân và bột đậu xanh giảm khi độ ẩm tăng lên trong quá trình xử lý HMT [23].

Như vậy, từ 3 khoảng thời gian ủ khác nhau với các mẫu có độ ẩm từ 10%, 20%, 25%, 30% và 35% thì cho thấy khi ủ mẫu ở 12 giờ, độ ẩm mẫu 20% với thời gian gia nhiệt 110°C, hàm lượng tinh bột kháng thu được là 81,45%. So với mẫu ủ 16 giờ, độ ẩm mẫu ở 25%, khi gia nhiệt ở 110°C thì hàm lượng tinh bột kháng là 81,37%. Tuy hàm lượng RS tạo thành không khác biệt nhiều nhưng về hiệu quả kinh tế chọn mẫu ủ 12 giờ.

3.2. Phân tích thống kê thực nghiệm

Thí nghiệm được thiết kế theo phương pháp RSM sử dụng phần mềm Expert Design 12; trong đó miền tối ưu của các yếu tố khảo sát đã được xác định thông qua các thí nghiệm thăm dò gồm: Thời gian ủ X_1 (10 – 14 giờ), Độ ẩm mẫu tinh bột X_2 (15 – 25%), nhiệt độ gia nhiệt X_3



Hình 2. Biểu đồ thể hiện sự thay đổi RS qua quá trình ủ 12 giờ. Các chữ cái khác nhau trong cùng một nhóm độ ẩm có ý nghĩa khác nhau với độ tin cậy là 95%

Khi ủ các mẫu có độ ẩm tăng dần từ 11% đến 35% trong thời gian 12 giờ, kết quả cho thấy ở độ ẩm mẫu 20% và ủ ở 110°C thì hàm lượng RS tăng cao nhất lên đến 81,45% (Hình 2). Nếu độ ẩm mẫu càng tăng dần lên thì RS lại giảm dần khi ủ các mức nhiệt độ khác nhau. Theo Thompson (2000) thì cho rằng, khi độ ẩm mẫu bột tăng đến 40-60% và ủ ở nhiệt độ cao thì mẫu bột sẽ mất cấu trúc dạng hạt do có sự kết hợp hồ hóa và nóng chảy [17]. Một số nghiên cứu cho thấy độ ẩm ở mức 15%, 20% và 22% tương ứng ở

(100 – 120°C) (Bảng 1). Ma trận quy hoạch thực nghiệm gồm 20 thí nghiệm và 6 điểm trung tâm được trình bày trong Bảng 2. Kiểu thí nghiệm phức hợp trung tâm CCD được lựa chọn nhằm xác định mức độ ảnh hưởng của các yếu tố khảo sát đến hàm mục tiêu là hàm lượng RS3 tạo thành; từ đó xây dựng các phương trình hồi quy bậc 2 có dạng (phương trình 1):

$$Y = a_0 + \sum_{i=1}^k a_i X_i + \sum_{i=1}^k a_{ii} X_i^2 + \sum_{i \neq j}^k a_{ij} X_i X_j \quad (1)$$

Trong đó, Y là hàm mục tiêu, X_i và X_j là các yếu tố khảo sát, a_0 là hằng số hay hệ số hồi quy bậc 0, a_i và a_{ii} lần lượt là các hệ số hồi quy bậc một và bậc hai mô tả ảnh hưởng của yếu tố X_i với Y, a_{ij} là hệ số hồi quy tương tác mô tả ảnh hưởng đồng thời X_i và X_j với Y [24].

Bảng 1. Bố trí thí nghiệm

Yếu tố khảo sát	Mức mã hóa của biến		
	-1	0	+1
Thời gian ủ (giờ)	10	12	14
Độ ẩm mẫu (%)	15	20	25
Nhiệt độ gia nhiệt(°C)	100	110	120

Bảng 2. Ma trận quy hoạch thực nghiệm

Thí nghiệm	Thời gian ủ (giờ)	Độ ẩm mẫu (%)	Nhiệt độ gia nhiệt (°C)	Hàm lượng RS3 (%)
1	12	20	120	74,75
2	14	15	100	66,56
3	12	20	110	81,84
4	12	20	110	82,16
5	12	20	100	72,17
6	10	25	120	71,25
7	10	15	100	66,56
8	10	15	120	69,82
9	12	15	110	62,89
10	10	20	110	71,19
11	14	15	120	67,89
12	14	25	100	72,87
13	14	20	110	72,78
14	12	20	110	81,54
15	12	20	110	81,79
16	12	25	110	68,25
17	12	20	110	82,18
18	10	25	100	70,76
19	14	25	120	73,26
20	12	20	110	81,27

Phương pháp bề mặt đáp ứng là một quy hoạch thực nghiệm nhằm làm giảm thiểu số lượng thí nghiệm nhưng kết quả vẫn đảm bảo độ tin cậy nên được ứng dụng nhiều trong tối ưu hóa các quá trình chế biến thực phẩm [25], [26]. Kết quả nghiên cứu đã chứng minh sự ảnh hưởng của các yếu tố khảo sát gồm thời gian ủ mẫu, độ ẩm mẫu và thời gian gia nhiệt đều ảnh hưởng đến sự hình thành của RS3. Dựa trên các điều kiện xử lý cho thấy, hàm lượng RS thay đổi tùy thuộc vào điều kiện nhất định, từ 62,89% đến 82,18% trong các thí nghiệm khác nhau. Hàm lượng RS tối đa thu được ở các điều kiện $X_1 = 12$ giờ; $X_2 = 20\%$ và $X_3 = 110^\circ\text{C}$; $RS = 82,18\%$ và giá trị này cao hơn so với RS ban đầu rất nhiều. Mô hình đa thức bậc hai của hàm RS (Y) bao gồm các biến như thời gian

ủ (X_1), độ ẩm mẫu (X_2) và nhiệt độ gia nhiệt (X_3).

$$Y = -503,21 + 19,19X_1 + 9,6X_2 + 6,64X_3 + 0,08X_1X_2 - 0,01X_1X_3 - 0,86X_1^2 - 0,23X_2^2 - 0,03X_3^2 \quad (2)$$

Kết quả phân tích thống kê dựa trên chỉ số Fisher, với các hệ số có giá trị $P < 0,05$ có ý nghĩa (Bảng 3) cho thấy, ảnh hưởng của từng biến độc lập riêng lẻ (X_1 , X_2 , X_3) và giá trị bậc hai (X_1^2 , X_2^2 , X_3^2) thể hiện đều có ý nghĩa khi tham gia vào mô hình. Giá trị kiểm định F (Fisher) của mô hình là 885,66 với giá trị $p < 0,0001$ cho thấy mô hình hoàn toàn có ý nghĩa thống kê với độ tin cậy 99,99%. Sự không tương thích của mô hình (Lack of fit) là 0,133, điều đó chứng minh mô hình hoàn toàn tương thích với thực nghiệm. Ngoài ra, các hệ số R^2 (coefficient of determination) của mô hình lớn hơn 0,99 cho thấy tương quan cao giữa mô hình dự đoán và các giá trị thực nghiệm [27].

Bảng 3. Kiểm định tính ý nghĩa của các hệ số phương trình

Nguồn	Tổng bình phương	df	Ý nghĩa bình phương	Giá trị F	Giá trị p
Mô hình	714,72	9	79,41	325,42	0,0001
X_1	1,73	1	1,73	7,10	0,0237
X_2	50,74	1	50,74	207,93	<0,0001
X_3	7,05	1	7,05	28,87	0,0003
X_1X_2	4,58	1	4,58	17,03	0,0017
X_1X_3	0,5151	1	0,5151	2,11	0,1769
X_2X_3	1,72	1	1,72	6,40	0,0279
X_1^2	168,64	1	168,64	627,68	<0,0001
X_2^2	466,40	1	466,40	1735,91	<0,0001
X_3^2	121,14	1	121,14	450,89	<0,0001
Residual	2,96	11	0,2687		
Lack of fit	2,33	6	0,3886	3,11	0,1167
R^2				0,9959	

Theo Bảng 3, biến số có ảnh hưởng lớn nhất đến việc ảnh hưởng đến hàm lượng RS là bậc hai độ ẩm của mẫu tinh bột (X_2^2), theo sau là bậc hai thời gian ủ (X_1^2), bậc hai nhiệt độ gia nhiệt (X_3^2). Tất cả các thuật ngữ tương tác khác đều có ý nghĩa ($p > 0,05$). Thứ tự của các biến số độc lập dựa trên tác động chính của chúng đối với việc tăng hàm lượng RS là $X_2 > X_3 > X_1$, điều này cho thấy độ ẩm mẫu là biến số quan trọng nhất ảnh hưởng đến hàm lượng RS, tiếp theo là nhiệt độ gia nhiệt và thời gian ủ. Mọi tương quan đồng thời giữa X_1 và X_3 không có ý nghĩa thống kê đối với mô hình này ($p = 0,1769$).

Bảng 4. Các giá trị và trị số đánh giá sự phù hợp của mô hình

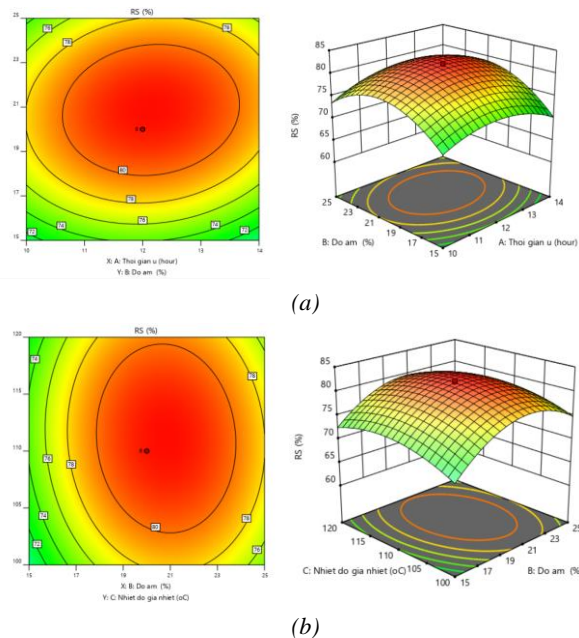
Std.Dev	0,5183	R^2	0,9959
Mean	73,59	Adjusted R^2	0,9929
C.V.%	0,7044	Predicted R^2	0,9812
		Adeq Precision	55,5986

Kết quả phân tích Anova từ Bảng 4 cho thấy $R^2 = 0,9959$ nên độ chính xác của mô hình là cao, 99,59% sự biến tính tinh bột và tạo thành tinh bột kháng được thể hiện trong mối quan hệ với các yếu tố liên quan, chỉ có 0,41% gây ra sai số (sai số ngẫu nhiên). Bên cạnh đó, hệ số biến dị - C.V.% (coefficient of variation) trong thí nghiệm ở mức thấp là 0,7044 % chứng tỏ rằng các thí nghiệm được

thực hiện chính xác và độ lặp lại cao. Giá trị R^2 tiên đoán là 0,9812 phù hợp với R^2 hiệu chỉnh là 0,9929 (độ lệch < 0,2). Độ chính xác phù hợp thể hiện tỷ lệ tín hiệu so với nhiễu là 55,5986 > 4 chỉ ra rằng tín hiệu đã đầy đủ.

3.3. Phân tích đáp ứng bề mặt

Từ cơ sở dữ liệu thực nghiệm thu nhận và phương trình hồi quy (2) thì có thể sử dụng mô hình bề mặt đáp ứng để dự đoán các điểm tối ưu thể hiện hiệu suất thu được RS3 cao nhất. Mặt đáp ứng (Hình 4) thể hiện bề mặt ba chiều dạng chuông và thể hiện bề mặt đường đồng mức cho thấy trong vùng khảo sát xuất hiện vị trí có hiệu suất thu hồi RS3 cao nhất.



Hình 4. Đồ thị bề mặt đáp ứng thể hiện sự phụ thuộc của hiệu suất thu hồi tinh bột kháng vào độ ẩm mẫu và thời gian ủ (a); nhiệt độ gia nhiệt và độ ẩm mẫu (b)

Mục đích của nghiên cứu hướng tới điều kiện xử lý nhiệt ẩm tối ưu sao cho lượng tinh bột kháng cao, vì vậy theo mô hình đáp ứng dự đoán $Y_{\max} = 82,005\%$ tại thời gian ủ là 12,14 giờ, độ ẩm mẫu 20,85% và nhiệt độ gia nhiệt là 111,1°C. So với kết quả của 6 thí nghiệm trước có $Y_{\max} = 82,18\%$ tại thời gian ủ là 12 giờ, độ ẩm mẫu 20% và nhiệt độ gia nhiệt là 110°C thì các yếu tố khảo sát có sự chênh lệch không đáng kể. Theo nghiên cứu [27], tối ưu hóa các điều kiện xử lý nhiệt ẩm đối với khoai mỡ và khoai lang tím bằng phương pháp đáp ứng bề mặt cho thấy, hàm lượng RS tối đa dự đoán của tinh bột khoai lang đã xử lý (43,9%) thu được trong điều kiện tối ưu là độ ẩm 34,76%, nhiệt độ gia nhiệt 100,11°C, thời gian ủ 6,01 giờ; hàm lượng RS tối đa dự đoán của tinh bột khoai mỡ đã xử lý (36,8%) thu được trong điều kiện tối ưu là độ ẩm 30,06%, nhiệt độ gia nhiệt 109,68°C và thời gian ủ 6,59 giờ sử dụng mô hình bậc hai trong phạm vi của các biến quy trình khác nhau. Hàm lượng RS thí nghiệm của tinh bột khoai lang và khoai mỡ được xử lý thu được trong điều kiện xử lý tối ưu lần lượt là 42,4% và 35,4%; điều này xác nhận rằng các mô hình là hợp lệ và đầy đủ vì dữ liệu dự đoán và dữ liệu thí nghiệm không khác biệt đáng kể [28].

4. Kết luận

Qua nghiên cứu cho thấy, độ ẩm, nhiệt độ gia nhiệt và thời gian ủ là những yếu tố quan trọng ảnh hưởng đến sự hình thành tinh bột kháng loại 3 (RS3) của tinh bột hạt mít thông qua quá trình xử lý nhiệt-ẩm. Mặc dù, hàm lượng RS3 thử nghiệm của tinh bột xử lý ở các điều kiện nhiệt-ẩm (82%) thấp hơn so với dữ liệu được tính toán từ các mô hình bậc hai (82,2%) tại thời gian ủ là 12 giờ, độ ẩm mẫu 20% và nhiệt độ gia nhiệt 110°C, nhưng sự khác biệt này không đáng kể. Điều này chứng tỏ, các mô hình này là hợp lệ và đầy đủ. Hơn nữa, đối với các loại tinh bột có nguồn gốc thực vật khác nhau, điều kiện tối ưu để thu được hàm lượng tinh bột kháng cao nhất có thể khác nhau. Do đó, cần tiến hành các nghiên cứu cụ thể cho từng loại tinh bột để xác định điều kiện tối ưu phù hợp.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] R. N. Tharanathan, "Food-derived carbohydrates—structural complexity and functional diversity", *Critical reviews in biotechnology*, vol. 22, no. 1, pp. 65–84, 2002.
- [2] R. Baixauli, A. Salvador, S. Martinez-Cervera, and S. M. Fiszman, "Distinctive sensory features introduced by resistant starch in baked products", *LWT-Food Science and Technology*, vol. 41, no. 10, pp. 1927–1933, 2008.
- [3] V. Varatharajan, R. Hoover, Q. Liu, and K. Seetharaman, "The impact of heat-moisture treatment on the molecular structure and physicochemical properties of normal and waxy potato starches", *Carbohydrate Polymers*, vol. 81, no. 2, pp. 466–475, 2010.
- [4] S. Pancha-annon and D. Uttapap, "Rice starch vs. rice flour: Differences in their properties when modified by heat-moisture treatment", *Carbohydrate polymers*, vol. 91, no. 1, pp. 85–91, 2013.
- [5] U. Lehmann and F. Robin, "Slowly digestible starch—its structure and health implications: a review", *Trends in Food Science & Technology*, vol. 18, no. 7, pp. 346–355, 2007.
- [6] H. N. Englyst, S. M. Kingman, and J. H. Cummings, "Classification and measurement of nutritionally important starch fractions", *European journal of clinical nutrition*, vol. 46, pp. S33-50, 1992.
- [7] M. G. Sajilata, R. S. Singhal, and P. R. Kulkarni, "Resistant starch—a review", *Comprehensive reviews in food science and food safety*, vol. 5, no. 1, pp. 1–17, 2006.
- [8] A. Gunaratne and R. Hoover, "Effect of heat-moisture treatment on the structure and physicochemical properties of tuber and root starches", *Carbohydrate polymers*, vol. 49, no. 4, pp. 425–437, 2002.
- [9] H. Lan *et al.*, "Impact of annealing on the molecular structure and physicochemical properties of normal, waxy and high amylose bread wheat starches", *Food Chemistry*, vol. 111, no. 3, pp. 663–675, 2008.
- [10] H.-J. Chung, Q. Liu, and R. Hoover, "Impact of annealing and heat-moisture treatment on rapidly digestible, slowly digestible and resistant starch levels in native and gelatinized corn, pea and lentil starches", *Carbohydrate polymers*, vol. 75, no. 3, pp. 436–447, 2009.
- [11] J. Wang *et al.*, "Optimization of ultrasonic-assisted enzymatic extraction of kiwi starch and evaluation of its structural, physicochemical, and functional characteristics", *Ultrasonics Sonochemistry*, vol. 81, p. 105866, 2021.
- [12] B. Kaur, K. B. Venkatrao, P. S. Panesar, H. K. Chopra, and A. K. Anal, "Optimization of ultrasound-assisted enzymatic extraction of resistant starch from green banana peels and its structural characterization", *Journal of Food Science and Technology*, vol. 59, no. 12, pp. 4663–4672, 2022.
- [13] K. T. Wong, G. Y. Y. Poh, K. K. T. Goh, M. S. M. Wee, and C. Jeyakumar Henry, "Comparison of physicochemical properties of jackfruit seed starch with potato and rice starches", *International Journal of Food Properties*, vol. 24, no. 1, pp. 364–379, 2021.

- [14] B. V. McCleary, M. McNally, and P. Rossiter, "Measurement of resistant starch by enzymatic digestion in starch and selected plant materials: collaborative study", *Journal of AOAC International*, vol. 85, no. 5, pp. 1103–1111, 2002.
- [15] O. S. Kittipongpatana and N. Kittipongpatana, "Resistant starch contents of native and heat-moisture treated jackfruit seed starch", *The Scientific World Journal*, vol. 2015, 2015.
- [16] C. M. Anderson-Cook, "Response surface methodology: process and product optimization using designed experiments by Raymond H. Myers; Douglas C. Montgomery", *J Am Stat Assoc*, vol. 97, no. 460, pp. 293–300, 2002.
- [17] D. B. Thompson, "Strategies for the manufacture of resistant starch," *Trends in Food Science & Technology*, vol. 11, no. 7, pp. 245–253, 2000.
- [18] C. Goel, A. D. Semwal, A. Khan, S. Kumar, and G. K. Sharma, "Physical modification of starch: changes in glycemic index, starch fractions, physicochemical and functional properties of heat-moisture treated buckwheat starch", *J Food Sci Technol*, vol. 57, no. 8, pp. 2941–2948, Aug. 2020, doi: 10.1007/s13197-020-04326-4.
- [19] K. Liu, B. Zhang, L. Chen, X. Li, and B. Zheng, "Hierarchical structure and physicochemical properties of highland barley starch following heat moisture treatment", *Food Chemistry*, vol. 271, pp. 102–108, 2019.
- [20] I. Amadou, M. E. Gounga, Y.-H. Shi, and G.-W. Le, "Fermentation and heat-moisture treatment induced changes on the physicochemical properties of foxtail millet (*Setaria italica*) flour", *Food and Bioproducts Processing*, vol. 92, no. 1, pp. 38–45, 2014.
- [21] S. Li, R. Ward, and Q. Gao, "Effect of heat-moisture treatment on the formation and physicochemical properties of resistant starch from mung bean (*Phaseolus radiatus*) starch", *Food hydrocolloids*, vol. 25, no. 7, pp. 1702–1709, 2011.
- [22] R. HOOVE and T. VASANTHAN, "The effect of annealing on the physicochemical properties of wheat, oat, potato and lentil starches", *Journal of Food Biochemistry*, vol. 17, no. 5, pp. 303–325, 1993.
- [23] H.-J. Chung, Q. Liu, and R. Hoover, "Effect of single and dual hydrothermal treatments on the crystalline structure, thermal properties, and nutritional fractions of pea, lentil, and navy bean starches", *Food Research International*, vol. 43, no. 2, pp. 501–508, 2010.
- [24] Y. Gong, Z. Hou, Y. Gao, Y. Xue, X. Liu, and G. Liu, "Optimization of extraction parameters of bioactive components from defatted marigold (*Tagetes erecta* L.) residue using response surface methodology", *Food and Bioproducts Processing*, vol. 90, no. 1, pp. 9–16, 2012.
- [25] Y. Song, X. Li, and Y. Zhong, "Optimization of butter, xylitol, and high-amylose maize flour on developing a low-sugar cookie", *Food Science & Nutrition*, vol. 7, no. 11, pp. 3414–3424, 2019.
- [26] N. T. N. Giang, T. V. Khai, and N. M. Thuy, "Optimization of moromi fermentation parameters to nutritional content of oyster mushrooms sauce (*Pleurotus* spp.) by using response surface methodology", *Food Research*, vol. 5, no. 5, pp. 149–156, 2021.
- [27] X. Guan and H. Yao, "Optimization of Viscozyme L-assisted extraction of oat bran protein using response surface methodology", *Food chemistry*, vol. 106, no. 1, pp. 345–351, 2008.
- [28] K. K. Nguyen and T. L. P. Nguyen, "Optimisation of heat-moisture treatment conditions for producing high amounts of resistant starches from purple sweet potato and yam starches using response surface methodology", *Vietnam Journal of Science, Technology and Engineering*, vol. 60, no. 4, pp. 8–14, 2018.