

## 열처리 온도가 옥수수 전분의 리올로지에 미치는 영향

서정식<sup>1\*</sup> · 김성곤<sup>2</sup>

<sup>1</sup>영남전문대학 식품영양과, <sup>2</sup>단국대학교 식품영양학과

**초록** : 옥수수 전분(초기 수분함량 11.4%)을 130~220°C에서 건열처리하여 DSC로 열분석한 결과 190°C이상에서 호화엔탈피는 감소하였고 알칼리호화시 열처리온도가 상승할수록 점도가 증가하였다. 170°C이상에서 열처리 온도가 높아질수록 원료전분에 비하여 최고점도를 포함한 아밀로그래프상의 모든 값들, 전분호화액의 전단응력과 겔보기점도, 점조도지수 및 항복응력은 감소하였다. 90°C에서 호화진행에 따라 모든 시료들의 겔보기점도와 항복응력은 상당히 증가하였으며 190°C시료는 특히 초기에 급증하였으나, 점조도지수는 약간 증가한 반면에, 유동거동지수값들은 큰 차이를 보이지않았다. 그러나 220°C의 경우 모든 값들이 다른 시료들에 비하여 크게 낮았다(1995년 7월 18일 접수, 1995년 8월 22일 수리).

### 서 론

전분을 건열처리(dry-heat treatment)하면 성질 또는 기능성이 변하게 되는데, 건열처리에 의한 전분의 텍스트린화가 일어나는 온도는 전분의 종류와 수분함량에 크게 영향을 받는다.<sup>1)</sup> 저자들은 전보<sup>2)</sup>에서 옥수수 전분을 대상으로 텍스트린화 전단계까지의 열처리(130~220°C)에 따른 옥수수 전분의 성질 변화를 보고하였다.

이 연구는 전보<sup>2)</sup>의 연속으로서 열처리한 옥수수 전분의 리올로지 성질에 대하여 보고하고자 한다.

### 재료 및 방법

#### 실험재료

시료는 (주)두산곡산의 옥수수 전분으로서 전보<sup>2)</sup>와 같은 것이었다. 전보<sup>2)</sup>와 같은 방법으로 최저 130°C, 최고 220°C사이에서 20°C간격으로 구분하여 전분의 가열처리 정도를 달리하였고 열처리시료는 모두 수분함량 9.0%로 건조하여 분석에 사용하였다.

#### Differential scanning calorimetry

시료전분에 대한 differential scanning calorimetry (DSC)는 Donovan<sup>3)</sup>의 방법을 응용하였다. 전분 4 mg을 aluminum sample pan에 취하고 여기에 시료전분의 2 배량에 해당하는 증류수를 micro syringe로 가하여 밀봉한 다음 24시간 방치한 후에 differential scanning calorimeter (Perkin-Elmer, DSC-4, U.S.A.)를 이용하여 10°C/min의 속도로 30°C부터 100°C까지 가열하여 흡열peak를 얻었다. 이 흡열peak로부터 호화개시온도( $T_0$ ), 호화정점온도( $T_p$ ), 호화종료온도( $T_c$ ) 및 호화엔탈피( $\Delta H$ )를 구하였다.

#### 알칼리호화

알칼리에 의한 호화는 Maher<sup>4)</sup>와 김 등<sup>5)</sup>의 방법에 준하였다. 즉 전분 4 g을 내경 28 mm인 50 ml 실린더에 취하고 적당량의 증류수를 가한 후 1분간 교반한 다음 1.0 N NaOH 용액을 가하여 0.17~0.19 N NaOH 농도 범위의 50 ml 용액을 만들었다. 이것을 1분간 교반한 후 Brookfield Synchro-Lectric viscometer(Model LVF)를 이용하여 spindle No.4, 회전속도 12 rpm에서 30분간 점도의 변화를 측정하였다.

#### 아밀로그래프

시료전분의 아밀로그래프에 의한 호화양상은 Med-calf와 Gilles<sup>6)</sup>의 방법에 준하였다. 즉 Brabender/Visco/Amylograph를 사용하여 전분시료용액(8%, db) 500 g을 amylograph bowl에 넣은 다음 30°C부터 94.5°C까지 1.5°C/min의 속도로 가열하고 94.5°C에서 15분간 유지시킨 후 다시 1.5°C/min의 속도로 50°C까지 냉각시켰다. 이와 같이하여 얻어진 아밀로그래프로부터 점도특성치를 구하였다.

#### 가열호화액의 리올로지 특성

원심관(50 ml)에 전분과 뜨거운 증류수를 넣고 잘 흔들어 전분현탁액(6%, db)을 만들고 가열중 수분손실을 막기위하여 봉하였다. 이를 90°C항온수조에서 40분간 가열하여 호화액을 제조하였다. 호화과정에 따른 리올로지 특성시험의 경우는 마찬가지로 방법으로 6%전분현탁액을 만들고 이를 90°C항온수조에서 호화시간만 10~40분으로 달리하여 시료액을 조제하였다. 가열이 끝난 시료액은 즉시 수도물에 30초간 냉각시킨 후 진공펌프에 연결시켜 기포를 제거하고 측정용 컵에 옮긴 다음 5분간 열평형시킨 후 70°C에서 회전점도계인 Brabender visco-

찾는말 : dry-heat treatment, starch, gelatinization, rheology

\*연락처자

meter (Viscotron, model No. 802401)를 이용하여 다음과 같이 리올리지 특성을 측정하였다. 즉 outside cylinder의 내반경 21.7 mm, inside cylinder의 외반경 20.0 mm의 measuring system(E17)에 시료용액 8 ml를 넣고 측정하고자 하는 온도를 유지하면서 회전속도 2~64 rpm의 연속적 변화에 따른 토오크의 변화를 자동기록하였다.

전단응력( $\tau$ )과 전단속도(D)는 실험으로부터 구한 토오크와 회전속도의 값들로부터 각각 다음 관계식에 의하여 구하였다.

$$\tau = B \cdot S \cdot Y \quad (1)$$

$$D = N \cdot X \quad (2)$$

여기서 S는 토오크값, N은 회전속도(rpm)이며, B, X 및 Y는 제조회사의 manual에 표시된 보정계수로 각각 토오크 측정용 spring에 의존하는 scale factor, shear rate factor 및 shear stress factor이다.

리올리지 특성값의 산출은 다음의 Herschel-Bulkley식<sup>9)</sup>에 적용하여 구하였다.

$$\tau = KD^n + \tau_y \quad (3)$$

여기에서 K는 유체의 점조도지수(Pa·s), n은 유동거동지수,  $\tau_y$ 는 항복응력(Pa),  $\tau$ 는 전단응력(Pa), D는 전단속도( $s^{-1}$ )이다. 항복응력은 앞의 식 (1)과 (2)에서 각각 구한  $\tau$ 와 D값들을 다음의 Casson식<sup>8)</sup>에 적용하여 구하였으며, n 및 K 값은  $\log(\tau - \tau_y)$ 와  $\log D$  관계의 기울기 및  $\log D = 0$ 일때의 절편값으로부터 각각 구하였다.

$$\sqrt{\tau} = Kc \sqrt{D} + \sqrt{\tau_y} \quad (4)$$

모든 계산은 Brabender사의 컴퓨터 프로그램을 응용하여 퍼스날 컴퓨터(CBM 4032)로 계산하였다. 한편 겔 보기점도는 전단응력과 전단속도의 비로 표시하였다.

## 결과 및 고찰

### Differential scanning calorimetry

열처리 전분의 DSC상의 thermogram pattern을 보고자 전분과 수분의 비율을 1:2(w/w)로 하여 열분석한 결과 모든 시료에서 흡열peak가 관찰되었으며 그 peak로부터 구한 호화개시온도, 호화정점온도, 호화종료온도 및 호화엔탈피변화의 값들은 Table 1과 같다. 원료전분의  $T_o$ ,  $T_p$ ,  $T_c$  및  $\Delta H$ 는 각각 65.3°C, 70.3°C, 83.0°C 및 3.5 cal/g을 기록하여 박과 김<sup>9)</sup>이 보고한 옥수수 전분의  $T_o$  65.9°C,  $T_p$  70.6°C,  $\Delta H$  3.0 cal/g의 결과와 비슷하였다.

$T_o$ 와  $T_p$ 의 경우는 각각 64.4~65.3°C와 69.7~70.9°C사이를 기록하여 원료전분과 열처리시료들간에 거의 차이를 보이지 않았다.  $T_c$ 의 경우는 가열온도 190°C까지는 82.9~83.3°C로 원료전분과 유사하였으나 210°C와 220°C 시료에서 모두 84.7°C를 기록하여 약간 증가하였다. 호화온도 범위는 원료전분 17.7°C에 비하여 가열온도 상승에 따라 약간씩 증가하여 210°C와 220°C시료에서 20

Table 1. DSC endotherm characteristics of dry-heated corn starch

Heat treatment (°C)	Endotherm temperature(°C)			$\Delta H^d$ (cal/g)
	$T_o^a$	$T_p^b$	$T_c^c$	
untreated	65.3	70.3	83.0	3.5
130	65.1	70.5	83.0	3.5
150	65.1	70.5	83.3	3.5
170	64.5	69.7	82.9	3.6
190	64.4	70.4	83.7	3.0
210	64.9	70.4	84.7	2.9
220	64.7	70.9	84.7	1.6

<sup>a</sup>Onset gelatinization temperature on DSC thermograms.

<sup>b</sup>Peak gelatinization temperature on DSC thermograms. <sup>c</sup>Conclusion gelatinization temperature on DSC thermograms. <sup>d</sup>Enthalpy of gelatinization.

°C를 기록하였다.  $\Delta H$ 는 130~170°C시료에서 3.5~3.6 cal/g을 기록하여 원료전분과 차이가 없었으나 190°C부터는 가열온도상승에 따라 감소하여 220°C시료의 경우 1.6 cal/g으로 상당히 줄어들었다. Wada 등<sup>10)</sup>은 전분입자의 결정성이 낮으면 호화개시온도도 낮고 호화엔탈피도 작다고 하였다. Wootton과 Bamunuarachchi<sup>11)</sup>도 각종 변성전분의 호화에 관한 보고에서 텍스트린화전분은 원료 밀전분에 비하여  $\Delta H$ 의 감소 및  $T_p$ 의 증가를 뚜렷이 볼 수 있다고 하였다. 190°C이상에서의  $\Delta H$  감소는 이들 결과와 유사한 것으로 보여진다.

### 호화특성

열처리전분의 알칼리호화양상을 비교하기 위하여 NaOH농도를 0.17~0.19 N로 변화시키면서 호화액의 점도를 경시적으로 측정하였다(Fig. 1). 모든 시료는 점도가 경시적으로 증가하였으며 220°C를 제외한 모든 시료는 특히 초기에 급격한 증가를 보여주었고 시료와 NaOH 농도에 따라 다소 차이가 있지만 일정시간이 경과하면 점도가 더 이상 증가하지 않고 평형에 도달하였다. 모든 NaOH농도에서, 극히 낮은 점도를 기록한 220°C시료를 제외하고는 점도의 절대값은 열처리 증가에 따라 원료 전분에 비하여 점도가 뚜렷이 상승하여 210°C시료에서 최대치를 기록하여 건열처리에 의하여 알칼리호화가 더욱 용이하게 진행되어짐을 알 수 있었으며 이는 주로 전분입자의 구조변화에 기인한 것으로 추측된다. 220°C 시료의 경우 그 변화양상이 다른 시료와는 달리 알칼리에 의한 팽윤이 억제되는 방향으로 진행되어 점도가 극히 낮은 양상을 보이는 것으로 생각된다. NaOH농도에 따라서는 농도가 증가할수록 점도가 증가하여 모든 시료에서 0.19 N이 가장 높은 값을 기록하였다. 0.19 N에서는 다른 농도의 결과와는 달리 210°C시료의 경우 최고점도에 도달한 후 시간이 경과함에 따라 오히려 점도가 감소하는 경향을 보였다.

일반적으로 전분의 알칼리에 의한 호화정도는 전분의 호화온도보다는 아밀로펙틴의 함량과 밀접한 관계가

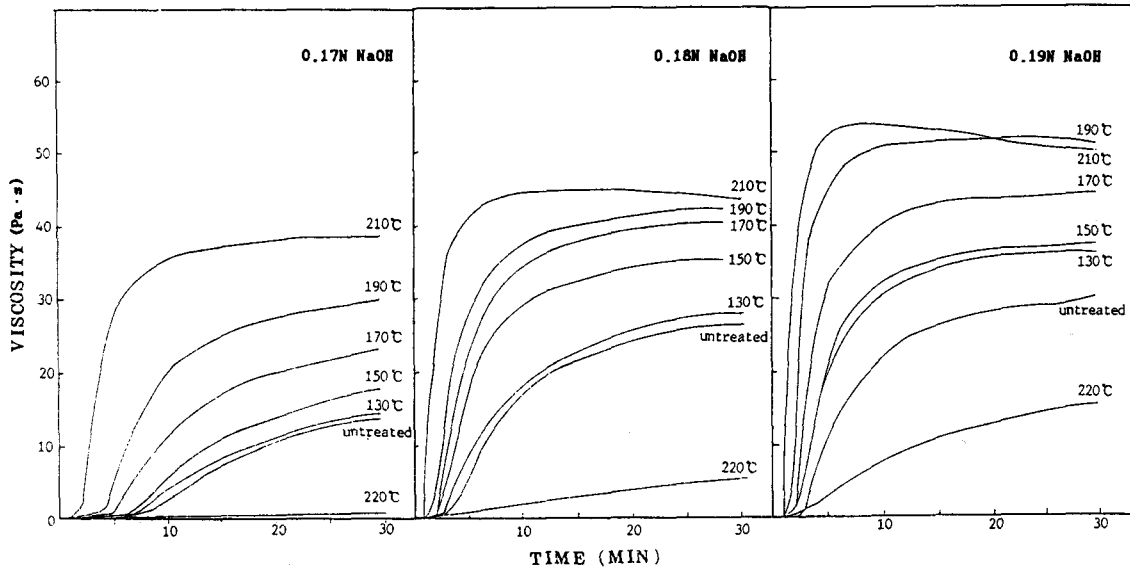


Fig. 1. Viscosity development patterns of dry-heated corn starch at various NaOH concentrations.

있는 것으로 알려져 있다.<sup>4)</sup> 그러나 김 등<sup>5)</sup>은 아밀로스 함량만으로는 전분의 알칼리호화양상을 충분히 설명할 수 없다고 하였다. 전분입자의 호화와 분자구조, 입자구조, 호화온도, 점도증가 등의 현상과의 관계는 아직도 분명히 규명되지 못하고 있다.

열처리전분의 아밀로그래프는 Fig. 2와 같고 이로부터 구한 아밀로그래프 특성치는 Table 2와 같다. 호화개시온도는 73.5~74.2°C로 시료간에 뚜렷한 차이를 볼 수 없었으나 기타 특성은 열처리 정도에 따라 달랐다. 가열 온도 130~150°C시료에서는 모든 값들이 원료전분과 큰 차이를 보이지 않았지만 170°C이상의 온도에서는 최고 점도와 최고점도시의 온도, 94.5°C에서의 점도, 94.5°C에서 15분간 유지후의 점도 및 50°C에서의 점도가 모든 시료에서 열처리온도가 증가할수록 원료전분에 비하여 뚜렷이 감소하였다. 특히 220°C시료의 경우에는 최고점도의 peak가 나타나지 않았고, 기타 특성값들도 다른 시료에 비하여 현저히 낮았다.

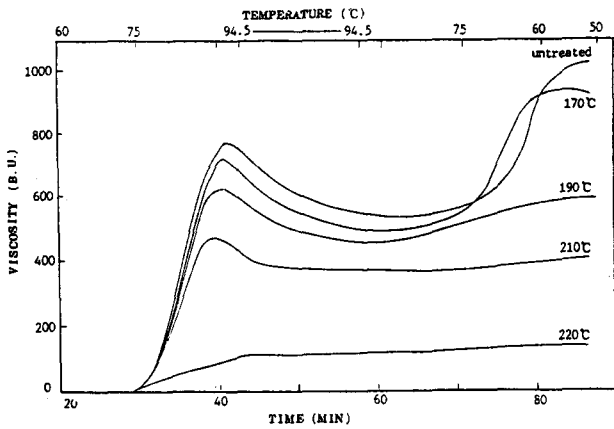


Fig. 2. Brabender amylograms of dry-heated corn starch.

이상의 결과에서 열처리온도가 높아질수록, 점도저하는 심하나 break down이 줄어드는 것으로 보아 hot paste의 팽윤성은 낮으나 안정성은 증가되며, 또한 냉각시 점도상승이 적은 것으로 보아 분자간 회합이 줄어들어 노화성이 감소되어짐을 알 수 있다.

가열호화액의 리올로지

전분호화액의 리올로지거동의 변화양상을 보기위하여

Table 2. Amylograph indices of dry-heated corn starch

(8%, dry basis)

Treatment (°C)	Initial pasting temperature <sup>a</sup> (°C)	Peak height (B.U.)	Peak temperature (°C)	Viscosity at 94.5°C (B.U.)	15 min. height <sup>b</sup> (B.U.)	Viscosity at 50°C (B.U.)
untreated	73.6	777	92.3	751	552	1,025
130	74.2	777	92.2	747	535	958
150	74.1	760	92.1	725	518	940
170	73.7	723	91.5	676	495	932
190	74.0	623	91.5	595	457	596
210	73.5	465	89.2	418	358	410
220	73.5	no peak	—	104	117	139

<sup>a</sup>Temperature at which the initial rise in the curve reached 10 B.U. <sup>b</sup>Peak height after 15 min holding at 94.5°C.

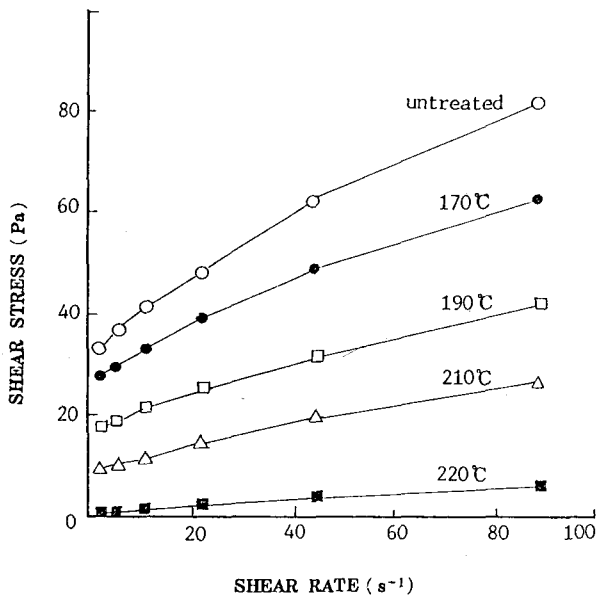


Fig. 3. Flow curve for 6% dry-heated corn starch dispersion after cooking at 90°C for 40 min (measured at 70°C).

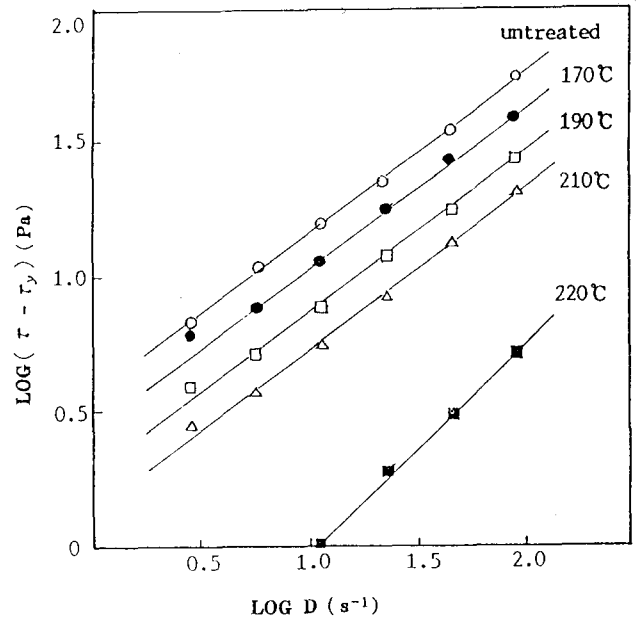


Fig. 5. Plot of  $\log(\tau - \tau_y)$  vs.  $\log D$  for 6% gelatinized solutions of dry-heated corn starch.

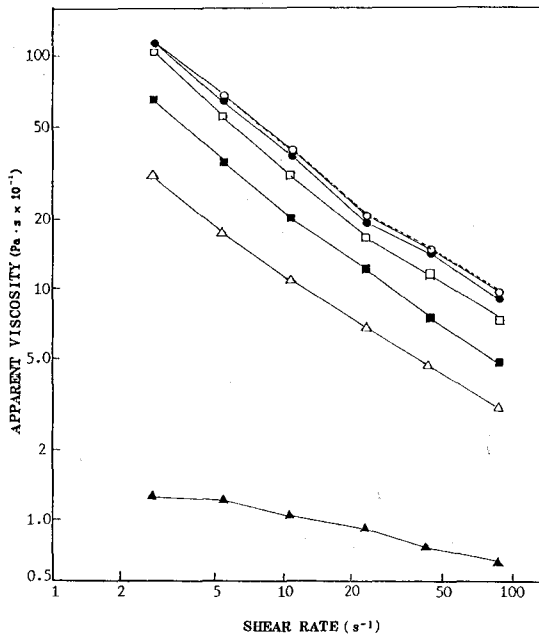


Fig. 4. Apparent viscosity vs. shear rate for 6% gelatinized solutions of dry-heated corn starch. Heat treatment: ○---○, untreated; ○—○, 130°C; ●—●, 150°C; □—□, 170°C; ■—■, 190°C; △—△, 210°C; ▲—▲, 220°C

6% 전분현탁액(db)을 90°C에서 40분간 가열, 호화시켜 회전점도계를 이용하여 70°C에서 2.8~89.6 s<sup>-1</sup>의 전단속도범위에서 전단속도에 따른 전단응력을 측정된 결과는 Fig. 3과 같다. 모든 시료는 전단속도의 증가에 따라 전단응력은 증가하는 경향이, 전단응력의 절대값의 비교시 시료의 열처리온도가 높을수록 뚜렷한 감소를 보여 220°C시료에서 최저치를 나타내었고, 220°C를 제외

Table 3. Rheological parameters of dry-heated corn starch solutions(6%) gelatinized at 90°C (measured at 70°C)

Heat treatment (°C)	Consistency index (Pa·s)	Flow behavior index	Yield stress (Pa)	Apparent viscosity* (Pa·s)
untreated	3.82	0.59	25.70	11.61
130	4.34	0.57	24.50	11.47
150	4.09	0.56	24.03	11.37
170	3.26	0.55	21.24	9.83
190	2.03	0.57	13.31	6.14
210	1.37	0.59	5.60	3.00
220	0.15	0.79	0.05	0.12

\*Values at the shear rate of 2.8 s<sup>-1</sup>.

한 시료들에 있어서는 전단속도가 0으로 감소함에 따라 일정한 값을 가지는 것으로 보아 항복응력을 가짐을 알 수 있었다. 또한 전단응력의 전단속도에 대한 비로서 구한 겔보기점도를 전단속도에 대하여 도시하면 Fig. 4와 같다. 겔보기점도의 변화는 시료 모두 전단속도가 증가함에 따라 겔보기점도가 감소하는 shear-thinning fluid의 성질을 나타내었다. 따라서 시료들의 유동거동은 비뉴턴유체에 속하며 항복응력을 갖는 mixed-type fluid에 속함을 알 수 있었다. 시료간에 겔보기점도의 절대값의 비교시 130~150°C시료와 원료전분사이에서는 그 차이를 볼 수 없었으나 170°C이상에서는 가열온도가 증가할수록 감소하는 경향이었고, 특히 220°C시료의 경우 그 값이 매우 낮았다.

리올로지적 성질을 정량적으로 규명하고자 전단속도와 전단응력과의 관계를 식(4)에 적용시켜 항복응력을 구할 수 있었고 이 값을 대입하여  $\log(\tau - \tau_y)$ 를  $\log D$ 에

Table 4. Effect of heating time on rheological parameters of dry-heated corn starch solutions(6%) gelatinized at 90°C (measured at 70°C)

Heat treatment (°C)	Heating time (min)	Consistency index (Pa·s)	Flow behavior index	Yield stress (Pa)	Apparent viscosity* (Pa·s)
untreated	10	2.34	0.58	11.86	5.68
	20	2.56	0.56	14.48	6.95
	30	3.31	0.55	18.86	9.09
	40	3.82	0.59	25.70	11.61
170	10	2.19	0.59	9.85	4.83
	20	2.57	0.58	13.38	6.44
	30	2.92	0.57	16.45	7.76
	40	3.26	0.55	21.24	9.84
190	10	1.71	0.59	7.56	3.81
	20	1.87	0.56	13.74	6.21
	30	1.75	0.56	15.38	6.67
	40	2.03	0.57	13.31	6.14
220	10	0.09	0.87	0.01	0.09
	20	0.12	0.80	0.05	0.12
	30	0.23	0.70	0.08	0.16
	40	0.15	0.79	0.05	0.12

\*Values at the shear rate of 2.8 s<sup>-1</sup>.

대하여 도시한 결과 Fig. 5에서처럼 전부 직선적인 관계를 보여주었다. 따라서 시료호화액의 리올로지적 거동은 Herschel-Bulkley 식<sup>7)</sup>에 잘 적용됨을 알 수 있었으며, 이 관계를 이용하여 호화액의 리올로지특성치를 구하였다(Table 3). 점조도지수와 항복응력은 겔보기점도의 변화양상과 유사하여 130~150°C시료에서는 원료전분과 큰 차이를 보이지 않았으나 170°C시료에서부터 뚜렷한 감소경향을 보였고 특히 220°C시료에서 극히 낮은 값을 기록하였다. 220°C시료를 제외한 기타 시료들의 유동거동지수 n값은 0.55~0.59사이로 1보다 낮고 일정한 경향을 보이지는 않았다. 220°C의 경우는 n이 0.79로서 다른 시료와는 달리 약간 증가하였다. 이상의 결과에서 열처리정도에 따라서는 리올로지적 성질이 크게 달라짐을 알 수 있었다.

한편 호화과정에 따른 리올로지적 거동의 변화양상을 규명하기 위하여 전술한 바와같이 리올로지적 성질의 뚜렷한 차이를 보여준 170°C이상의 시료들을 대상으로 90°C에서 호화시간만을 달리하여 전술한 방법들에 따라 리올로지특성치를 구하였다(Table 4). 원료전분과 170°C시료에서 점조도지수와 항복응력은 호화시간의 증가에 따라 증가하여 40분에서 최대치를 기록하였고 유동거동지수는 0.55~0.59사이로 일정한 변화경향을 보이지는 않았다. 190°C의 경우 점조도지수와 유동거동지수는 호화시간에 따라 큰 차이를 나타내지 않았으나 항복응력은 호화초기에 급격히 증가하여 호화시간 30분에서 최대에

도달한 후 그 이후에는 오히려 약간 감소였다. 220°C시료의 경우 점조도지수와 항복응력의 절대값은 타시료에 비하여 극히 낮았으며 호화진행에 따라 30분에 최대치를 나타내었고 40분에서는 오히려 감소하였다. 유동거동지수는 0.70~0.87사이로 일정한 경향을 보이지는 않았으나 타시료에 비하여 높았다. 겔보기점도의 경우 원료전분과 170°C시료 모두 호화시간 40분까지 계속 증가하여 점조도지수와 항복응력의 변화양상과 같았다. 그러나 190°C시료에서는 항복응력에서처럼 호화시간 10분과 20분 사이에서 겔보기점도의 급격한 증가를 보였고 그 이후에는 큰 변화가 없었다. 220°C시료는 호화시간에 따라 증가하여 30분에 최대치를 보였으나 40분에는 오히려 겔보기점도가 감소하는 경향으로 점조도지수와 항복응력의 변화양상과 같았다. 이상의 결과에서 가열온도가 높은 시료일수록 호화초기에 점도가 급격히 상승함은 호화가 빨리 진행되는 것을 의미하며 또한 호화가 완료된 후 점도가 떨어지는 것은 전분입자의 팽윤속도보다도 파괴속도가 더 커짐에 기인된 결과로 생각된다.

## 참 고 문 헌

1. Takahashi, K., K. Shirai and K. Wada (1982) Structural changes in starch granules of low moisture content during heating. *Agr. Biol. Chem.* **46**, 2505-2511.
2. 서정식, 이만정, 김성곤 (1992) 건열처리가 옥수수전분의 성질에 미치는 영향. *한국농화학회지* **35**, 389-394.
3. Donovan, J. W. (1979) Phase transitions of the starch-water system. *Biopolymers* **18**, 263-275.
4. Maher, G. G. (1983) Alkali gelatinization of starches. *Starch/Staerke* **35**, 226-234.
5. 김성곤, 정혜민, 조만희 (1984) 쌀, 옥수수, 칩 및 생강 전분의 알카리 호화. *한국농화학회지* **27**, 214-216.
6. Medcalf, D. G. and K. A. Gilles (1966) Effect of a lyotropic series on the pasting characteristics of wheat and corn starch. *Starch/Staerke* **18**, 101-104.
7. Toledo, R. T. (1991) Flow of fluids. In 'Fundamentals of Food Process Engineering', 2nd Ed., p.161-162, Van Nostrand Reinhold, New York, U.S.A.
8. Casson, N. (1959) A flow equation for pigmented-oil suspensions of the printing ink type. In 'Rheology of Disperse Systems', C. C. Mill(Ed.), p.82-104, Pergmon Press, New York, U.S.A.
9. 박옥진, 김광옥 (1988) 옥수수전분과 Hydrocolloids첨가가 녹두전분 및 묵의 특성에 미치는 영향. *한국식품과학회지* **20**, 618-624.
10. Wada, K., K. Takahashi, K. Shirai and A. Kawamura (1979) DTA applied to examining gelatinization of starches in foods. *J. Food Sci.* **44**, 1366-1368.
11. Wootton, M and A. Bamunuarachchi (1979) Application of differential scanning calorimetry to starch gelatinization. *Starch/Staerke* **31**, 201-204.

---

**Effect of Heating Temperature on the Rheological Properties of Corn Starch**

Chung-Sik Suh<sup>1\*</sup> and Sung-Kon Kim<sup>2</sup> (<sup>1</sup>*Department of Food Science and Nutrition, Yeungnam Junior College, Taegu 705-037, Korea;* <sup>2</sup>*Department of Food Science and Nutrition, Dankook University, Seoul 140-714, Korea*)

**Abstract:** The influence of dry-heat treatment (130~220°C) on the gelatinization and rheological properties of corn starch (11.4% moisture) was examined. The enthalpy of gelatinization measured by differential scanning calorimetry decreased above 190°C. The viscosity of starch by alkali gelatinization increased as the heating temperature rised. All the values including peak viscosity on amylograms and shear stress, apparent viscosity, consistency index and yield stress of thermal-gelatinized starch dispersion showed decreasing tendencies with increasing of heating temperature from above 170°C compared with those of raw starch. The apparent viscosity and yield stress of all the samples thermal-gelatinized at 90°C were increased considerably with process of gelatinization time and especially their rapid increase at the early stage was observed in the 190°C sample. But all the rheological parameters of 220°C sample recorded very low values compared with those of the others.

---

\*Corresponding author