

李想,任章睿,胡杨,等.液氮冻结温度对调理草鱼片品质的影响[J].华中农业大学学报,2021,40(4):200-208.
DOI:10.13300/j.cnki.hnlkxb.2021.04.024

液氮冻结温度对调理草鱼片品质的影响

李想,任章睿,胡杨,刘茹,熊善柏

华中农业大学食品科学技术学院/长江经济带大宗水生生物产业绿色发展教育部工程研究中心/
国家大宗淡水鱼加工技术研发分中心(武汉),武汉 430070

摘要 为解决水产品在冻结过程中品质下降的问题,以草鱼(*Ctenopharyngodon idellus*)为原料,采用真空浸渍法制备调理鱼片,研究了-60、-80、-100和-196 ℃液氮冻结对调理草鱼片品质的影响。结果显示,液氮冻结温度对调理草鱼片品质有显著影响。随着液氮冻结温度的降低,调理草鱼片的冻结速率显著加快,其硬度、咀嚼性、盐溶性蛋白含量提高,而解冻损失率和蒸煮损失率下降。在5种冻结处理中,采用-80 ℃液氮喷淋冻结草鱼片的质构特性、蒸煮损失率、盐溶性蛋白含量等指标与-100 ℃液氮喷淋冻结、-196 ℃液氮浸渍冻结的样品无显著差异,但显著高于-18 ℃冻结和-60 ℃液氮喷淋冻结的草鱼片,且调理处理可提高草鱼片品质的冻结-解冻稳定性,调理6 h的草鱼片的品质稳定性最好。结果表明,将调理6 h的草鱼片用-80 ℃液氮冻结处理,可获得高品质的调理草鱼片。

关键词 液氮喷淋冻结;冻结温度;调理水产品;草鱼;调理鱼片;速冻保鲜;持水性

中图分类号 TS 254.4 **文献标识码** A **文章编号** 1000-2421(2021)04-0200-09

调理水产品是指以新鲜水产品为原料,经宰杀、清洗、分割、调理、包装、速冻和冻藏等加工成的一类水产制品,因其具有方便快捷、营养均衡、小容量化等特点而成为餐饮和家庭消费的热点^[1],小包装速冻保鲜的调理制品是我国近年来发展较快的淡水加工产品^[2]。任章睿等^[3]、鲁长新^[4]、Gallart-jornet等^[5]分别研究了真空调理方式、调理程度及调理液中食盐浓度对调理水产品品质及冻结特性的影响,结果表明,调理方式、调理时间、调理程度、冻结方式及温度等因素均会影响调理水产品品质。由于鲜活水产品的肌肉组织软嫩、内源性蛋白酶活性高而极易导致品质下降^[6],淡水鱼宰杀致死后需要及时对其进行调理和低温冻结处理。

以低温冷风(-35~-40 ℃)为介质的隧道式速冻机和双螺旋速冻机是目前水产品加工业常采用的速冻设备,但因其冻结速率较慢、冻结-解冻后质地变差、鱼体干耗大等缺点,目前开始使用液氮喷淋和液氮浸渍冻结方式生产冷冻水产品,并成功应用于虾^[7]、河豚^[8]等水产品加工,且在速冻调理小龙虾或鱼片的生产实践中,普遍采用-90~-95 ℃液氮

喷淋方式速冻产品。在淡水鱼保鲜方面,尽管周俊鹏等^[9]、宋敏等^[10]对比研究了冰箱冻结和液氮浸渍冻结方式对鮰、鲈及鳜品质的影响,但常用的液氮喷淋冻结温度(-90~-95 ℃)是否适宜、液氮冻结温度对调理鱼片品质有何影响,目前相关报道较少。

草鱼(*Ctenopharyngodon idellus*)是我国淡水养殖产量很大的鱼种,2019年养殖产量达553.31万t^[2],因其肉质鲜嫩、价格低廉,是制作鱼片的主要原料之一。近年来,随着人们生活节奏加快,草鱼的传统鲜活销售模式无法满足人们的需求,对草鱼进行调理和冻结处理具有广阔的市场前景^[11]。

本研究以草鱼为对象,以-18 ℃冷风冻结为对照,采用-60、-80、-100 ℃液氮喷淋冻结及-196 ℃液氮浸渍冻结等生产速冻调理草鱼片,分析液氮冻结温度对调理草鱼片品质的影响,以确定调理鱼片适宜的液氮冻结温度,为生产高品质调理草鱼片提供技术支撑。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

草鱼,购于华中农业大学农贸市场,3.0~3.5

收稿日期:2021-02-17

基金项目:财政部和农业农村部:国家现代农业产业技术体系(CARS-45-28)

李想, E-mail:329444798@qq.com

通信作者:熊善柏, E-mail:xiongsh@mail.hzau.edu.cn

kg/尾;八角叶,采摘于广西壮族自治区钦州市浦北县官垌镇;食盐,食品级,湖北盐业集团有限公司;复合磷酸盐,食品级,河南蜜丹儿商贸有限公司。

氯化钠、磷酸氢二钠、磷酸二氢钠、碳酸氢钠、氢氧化钠、酒石酸钾钠、无水硫酸铜、牛血清蛋白等试剂为分析纯,国药集团化学试剂有限公司。

1.2 仪器与设备

TM-20型真空滚揉机,无锡哈克逊工贸有限公司;TA-XT2i型质构仪,英国Stable-Micro Systems公司;KLS-YXD-1型柜式液氮速冻机,成都科莱斯低温设备有限公司;MT-8X型多路温度记录仪,深圳市深华轩科技有限公司;AVANTI J-26型高速冷冻离心机,美国贝克曼公司;FJ-200型高速分散均质机,上海标本模型厂。

1.3 调理液的制备

称取100 g八角叶,按照料液比1:10(mg/L)

加入去离子水破碎、榨汁,再将其稀释5倍,加入1%食盐和1%复合磷酸盐,混匀后制成浸渍液,备用。

1.4 鱼片的调理处理

将鲜活草鱼宰杀,去鳞、去头、去内脏,从背部剔除脊骨,取其背部两侧鱼肉去皮,用自来水洗净,将背部两侧鱼肉切成5 cm×5 cm×2 cm大小均匀的鱼片。将切好的鱼片随机分组,按照鱼片:腌制液=1:2(kg/L)添加腌制液进行真空浸渍处理(浸渍真空度为80 kPa,温度10 °C),分别在调理0、2、4、6 h时取样,制备得到4种不同腌制程度的调理草鱼片样品,参考GB 5009.3—2016^[12]、孙平^[13]、GB 5009.44—2016^[14]和鲁长新^[4]所述方法分别测定其含水量、可溶性固形物含量、盐含量以及热特性参数,结果见表1。

表1 不同调理时间的调理草鱼片的含水量、可溶性固形物含量、盐含量和热特性参数

Table 1 Water content, soluble solids content, salt content and thermal characteristics parameters of grass carp fillets with different conditioning time

调理时间/h Processing time	理化指标 Physical and chemical indicators			热特性参数 Thermal characteristic parameters		
	含水量/% Water content	可溶性固形物含量/% Soluble solid content	食盐含量/% Salt content	冰点/°C Ice point	冻结点/°C Freezing point	相变焓/(J/g) Phase transition enthalpy
0	84.58±0.12a	4.01±0.11a	0.14±0.01a	-0.12±0.64a	-8.09±0.65a	128.91±14.17a
2	82.94±0.66b	4.74±0.11b	1.15±0.03b	-0.66±0.04b	-8.44±1.62a	126.82±20.44a
4	82.54±0.16c	5.16±0.11c	1.44±0.03c	-0.75±0.16bc	-9.12±0.67a	124.56±13.14a
6	81.49±0.38d	5.93±0.28d	1.63±0.02d	-1.05±0.02d	-9.85±2.56a	122.47±13.12a

注:同一列不同字母代表有显著性差异($P<0.05$)。下同。Note: Different letters at the same column indicate significant differences ($P<0.05$). The same as below.

1.5 调理鱼片的冻结与贮藏

按本文“1.4”节调理好的鱼片随机分成6份,将其中一份快速冷却至4 °C并冷藏24 h样品作为对照,记为CK,另外5份分别用-18 °C冷冻(-18 °C F)、-60 °C液氮喷淋冻结(-60 °C LNSF)、-80 °C液氮喷淋冻结(-80 °C LNSF)、100 °C液氮喷淋冻结(-100 °C LNSF)和-196 °C液氮浸渍冻结(-196 °C LNIF)方法冻结至鱼片中心温度达到-18 °C后,转移到-18 °C冷库贮藏24 h后取样,备用。

1.6 冻结曲线的测定

参考鲁长新^[4]所述方法,将2根温度探头分别插入鱼片表面与鱼片中心,记录其表面温度与中心温度的变化,按式(1)计算冻结速率:

$$V_f = 3600L/t \quad (1)$$

式(1)中, V_f 代表冻结速率, cm/h; L 代表鱼片

表面到中心的最短距离, cm; t 代表鱼片表面温度下降到0 °C至中心温度降到-5 °C所需的时间,s。

1.7 质构特性的测定

参考李里特^[15]所述方法,使用TA.XT物性测试仪测定。冻结并在-18 °C冷库贮藏24 h的鱼片于4 °C解冻后,切成1.5 cm×1.5 cm×1.0 cm小块,放置在测试仪平台上。使用TPA模式,每个样品进行2次轴向压缩,压缩比为50%,测试探头为P/35,测前速度为5 mm/s,测中速度为1 mm/s,测后速度为5 mm/s。

1.8 解冻损失率及蒸煮损失率的测定

草鱼片的持水性采用解冻损失率和蒸煮损失率来表示。损失率越高,代表持水性越差。将草鱼片进行冻结处理,贮藏期结束后称质量(m_1),将冻结后的调理草鱼片置于4 °C冰箱解冻12 h,用滤纸吸取表面

水分后称质量(m_2),按式(2)计算解冻损失率:

$$\text{解冻损失率} = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100\% \quad (2)$$

将解冻后的调理草鱼片置于蒸锅中蒸制 10 min,置于常温冷却 10 min,用滤纸吸取表面水分并称质量(m_3),按式(3)计算蒸煮损失率:

$$\text{蒸煮损失率} = \frac{m_2 - m_3}{m_2} \times 100\% \quad (3)$$

1.9 盐溶性蛋白含量的测定

参照李玮等^[16]的方法测定鱼片中盐溶性蛋白含量。

1.10 水分分布状态的测定

参考周俊鹏等^[9]的方法并做修改,样品于 4 ℃解冻后在室温下进行测定。将鱼片切成 10 mm × 10 mm × 20 mm 的长方体并置于核磁管中,采用 Carr-Purcell-Meiboom-Gill(CPMG)脉冲序列进行自旋-自旋弛豫时间 T_2 及 T_2 峰面积的测定。参数设定:质子共振频率 22 MHz, 测定温度 32 ℃, 90° 脉冲宽度 8 μ s, 采样宽度 100 kHz, 180° 脉冲宽度 16 μ s, 重复扫描 8 次, 重复采样时间间隔 4 000 ms。所得 CPMG 指数衰减曲线用纽迈含油含水率核磁共振分析仪测量软件 Ver2.0 进行反演得到 T_2 峰位置和 T_2 峰面积比。

1.11 数据处理

试验重复 3 次。样品质构特性参数平行测定 6 次,其他指标平行测定 3 次。以“平均值±标准差”

表示。采用 Origin9.1 作图,采用 SPSS 23 进行 ANOVA 方差分析及 Duncan's 检验($P < 0.05$)。

2 结果与分析

2.1 液氮冻结温度对调理草鱼片冻结参数的影响

图 1 显示了不同调理程度草鱼片分别于 -18 ℃ 冷风冻结及 -60、-80、-100 ℃ 液氮喷淋冻结和 -196 ℃ 液氮浸渍冻结的冻结曲线,各草鱼片样品的冻结速率(FR)和最大冰晶生成带通过时间(PT)见表 2。从图 1 和表 2 可以看出,冻结方式和液氮冻结温度对草鱼片冻结速率和通过最大冰晶带所需时间有显著影响;采用 -60、-80、-100 ℃ 液氮喷淋冻结时,各样品冻结速率和通过最大冰晶带所需时间差异较小,但与 -18 ℃ 冷风冻结、-196 ℃ 液氮浸渍冻结样品存在较大差异。随着冻结温度的降低,草鱼片冻结速率显著加快、通过最大冰晶带所需时间缩短。在 -18 ℃ 空气冻结、-60 ℃ 液氮喷淋冻结、-80 ℃ 液氮喷淋冻结、-100 ℃ 液氮喷淋冻结、-196 ℃ 液氮浸渍冻结 5 种冻结方式处理下,草鱼片的冻结速率分别为 0.12~0.16、2.47~4.35、2.81~5.14、3.19~5.88、138.46~327.27 cm/h,其通过最大冰晶带所需时间分别为 33.62~77.28、1.41~3.83、1.01~3.57、0.97~3.21、0.07~0.08 min。在相同冻结温度下,腌制程度越高(调理时间越长)则草鱼片的冻结速率越高、通过最大冰晶带所

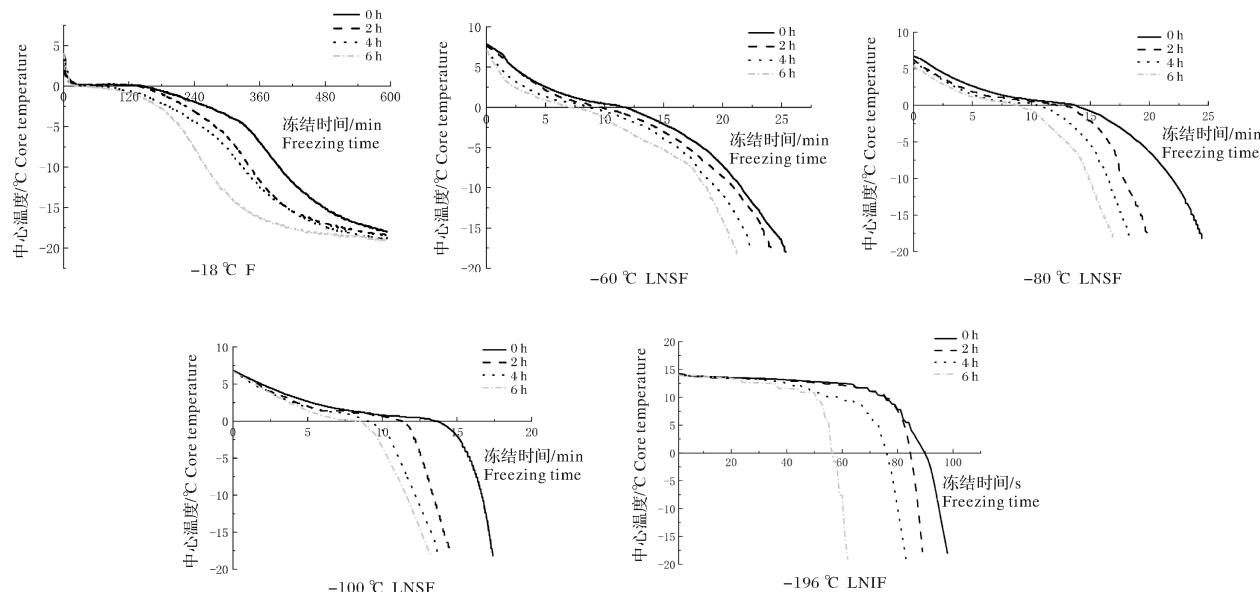


图 1 不同冻结温度下草鱼片的冻结曲线

Fig.1 Freezing curves of grass carp slices frozen at different temperature

表2 不同温度冻结下草鱼片的冻结参数

Table 2 Characteristic parameters of frozen grass carp fillets at different temperature

冻结条件 Freezing condition	调理 0 h		调理 2 h		调理 4 h		调理 6 h	
	FR/(cm/h)	PT/min	FR/(cm/h)	PT/min	FR/(cm/h)	PT/min	FR/(cm/h)	PT/min
-18 °C F	0.12	77.28	0.13	62.73	0.15	34.51	0.16	33.62
-60 °C LNSF	2.47	3.83	3.39	3.67	3.42	1.86	4.35	1.41
-80 °C LNSF	2.81	3.57	3.93	2.65	4.48	1.18	5.14	1.01
-100 °C LNSF	3.19	3.21	4.27	2.98	4.73	1.07	5.88	0.97
-196 °C LNIF	138.46	0.08	171.43	0.07	276.92	0.05	327.27	0.07

注:FR:冻结速率;PT:最大冰晶生成带的通过时间。Note: FR: Freezing rate; PT: Passing time of the largest ice crystal formation zone.

需时间越短。采用-80 °C 液氮喷淋冻结鱼片时,调理 0、2、4、6 h 鱼片的冻结速率分别为 2.81、3.93、4.48 和 5.14 cm/h,其通过最大冰晶带所需时间分别为 3.57、2.65、1.18 和 1.01 min。

2.2 液氮冻结温度对调理草鱼片冻结-解冻后质构特性的影响

由表 3 可知,液氮冻结温度对冻结-解冻后的草鱼片质构特性参数有显著影响($P < 0.05$)。与对照(未冻结鲜样)相比,冻结处理均导致草鱼片的硬度、咀嚼性下降,但随着鱼片调理程度提高(调理时间延长),冻结样品的硬度和咀嚼性与对照样品的差值显著减小($P < 0.05$)。在 5 个冻结处理组中,-18 °C 冷风冻结的草鱼片的硬度、弹性和咀嚼性值最低,而-60、-80、-100、-196 °C 液氮冻结组草鱼片的硬度、弹性和咀嚼性之间无显著性差异($P > 0.05$)。采用-80 °C 液氮喷淋冻结时,调理 0、2、4、6 h 草鱼片的硬度分别为 3 483.68、2 736.01、2 471.26、2 206.83 g,与对照样品硬度的差值分别为 2 358.25、1 660.66、1 283.52 和 376.98 g;而调理 0、2、4、6 h 草鱼片的咀嚼性分别为 588.84、394.75、341.09、329.68 g,与对照样品咀嚼性的差值分别为

945.29、498.236、387.17 和 128.80 g。可见,适当的调理处理更有利于草鱼片在冻结过程中质构特性的保持。

2.3 液氮冻结温度对调理草鱼片冻结-解冻后持水性的影响

图 2 显示了不同调理程度并分别于-18 °C 冷风冻结及-60、-80、-100 °C 液氮喷淋冻结和-196 °C 液氮浸渍冻结的草鱼片的解冻损失率(图 2A)和蒸煮损失率(图 2B)的变化。从图 2 可见,液氮冻结温度对草鱼片的持水性有显著影响($P < 0.05$),且调理时间越长鱼片的持水性越好。

由图 2A 可知,冻结温度对调理草鱼片的解冻损失率有显著影响($P < 0.05$),随着冻结温度的降低,调理草鱼片的解冻损失率呈现下降趋势,且调理时间越长的草鱼片的解冻损失率越低。调理 0、2、4、6 h 的草鱼片,经-60、-80、-100 °C 液氮喷淋冻结的草鱼样品的解冻损失率之间无差异($P > 0.05$),但显著高于-196 °C 液氮浸渍冻结的草鱼片;调理 0、2 h 并采用-18 °C 冻结的草鱼片的解冻损失率显著高于经-60、-80、-100 °C 液氮喷淋冻结的草鱼片($P < 0.05$),而调理 0、2 h 并采用

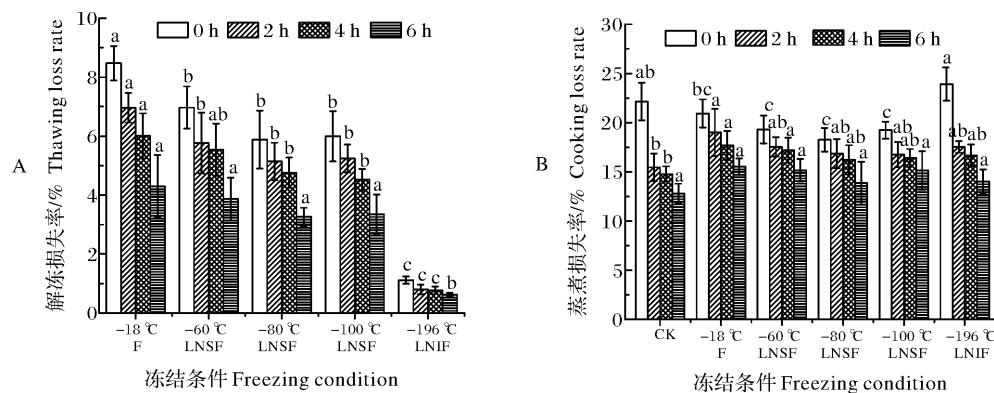


图 2 不同液氮冻结温度对草鱼片冻结-解冻后持水性的影响

Fig.2 Effect of liquid nitrogen freezing temperature on water holding capacity of grass carp fillet after freezing and thawing

−18 ℃冻结的草鱼片的解冻损失率与经−60、−80、−100 ℃液氮喷淋冻结的草鱼样品的解冻损失率无显著差异($P>0.05$)。由图 2B 可知,未调理(调理时间 0 h)并冻结的草鱼片的蒸煮损失率最高,且随冻结温度的降低其蒸煮损失率明显降低($P<0.05$),−80 ℃液氮喷淋冻结的草鱼样品的蒸煮损失率最低,进一步解冻鱼片的蒸煮损失率则显著增加。调理 2、4、6 h 并采用−18 ℃冻结的草鱼片的蒸煮损失率显著高于未冻结的草鱼片,高于经−60、−80、−100 ℃液氮喷淋冻结和−196 ℃液氮浸渍冻结样品的蒸煮损失率但不显著($P>0.05$),这表明冻结前进行适当的调理处理有利于草鱼片在冻结后持水性的稳定。

2.4 液氮冻结温度对调理草鱼片冻结-解冻后盐溶性蛋白含量的影响

表 4 列出了不同调理程度并分别于−18 ℃冷风冻结及−60、−80、−100 ℃液氮喷淋冻结和−196 ℃液氮浸渍冻结的草鱼片中盐溶性蛋白含量。从表 4 可知,冻结温度和调理时间对草鱼片的盐溶性蛋白含量有显著性影响($P<0.05$)。随着冻结温度的降低,调理草鱼片中盐溶性蛋白含量越高,调理并于−60、−80、−100 ℃液氮喷淋冻结和−196 ℃液氮浸渍冻结的草鱼片的盐溶性蛋白含量明显高于−18 ℃冻结样品的,但低于新鲜鱼片的($P<0.05$)。而在 4 种液氮冻结方式中,−80、−100 ℃液氮喷淋冻结和−196 ℃液氮浸渍冻结草鱼片的盐溶性蛋白含量无显著差异($P>0.05$),但显著高于−60 ℃液氮喷淋冻结的样品。随着调理时间延长,冷藏和冻藏调理草鱼片的盐溶性蛋白含量明显降低,说明调理处理会导致鱼肉中肌原纤维蛋白部分变性。

2.5 液氮冻结温度对调理草鱼片冻结-解冻后水分存在状态的影响

表 5 列出了不同调理程度并分别于−18 ℃冷风冻结及−60、−80、−100 ℃液氮喷淋冻结和−196 ℃液氮浸渍冻结的草鱼片的弛豫峰面积 P_{21} (不易流动水峰面积所占比例)和 P_{22} (自由水峰面积所占比例)。由表 5 可知,不同的液氮冻结温度对草鱼片的水分存在状态有显著影响($P<0.05$)。冻结-解冻导致鱼片中不易流动水比例下降,但随着冻结温度的降低,鱼片中自由水(P_{22})比例显著下降。对于未调理草鱼片(调理时间 0 h),分别于−60、−80、−100 ℃液

氮喷淋冻结-解冻的草鱼片的不易流动水含量差异不大($P>0.05$),但显著高于−18 ℃冻结-解冻的草鱼片的、低于−196 ℃液氮浸渍冻结的草鱼片的($P<0.05$)。在相同冻结温度下,随着调理时间延长,冻结-解冻后草鱼片中不易流动水比例增加、自由水比重降低。对于调理 6 h 的草鱼片,于−80、−100 ℃液氮喷淋冻结-解冻的草鱼片的不易流动水含量差异不大($P>0.05$),但显著高于−18、−60 ℃液氮喷淋冻结-解冻的草鱼片($P<0.05$)。结果表明,低温冻结处理对草鱼片水分分布有较好的保持效果。

3 讨 论

3.1 调理后草鱼片的热特性变化对冻结参数的影响

草鱼片经过不同程度的腌制调理后,鱼肉内部固形物含量、水分含量和热特性参数会发生变化,从而提高了草鱼片冻结-解冻过程中的品质稳定性。研究显示,当加入食盐后,鱼肉中水的结合状态改变,肌肉中的自由水在离子键(或氢键)的作用下转化为结合水,使可熔融的自由水含量减少,相变潜热随之降低,导致表观比热随食盐含量的增加而向低温区下降,通过淡水鱼冷冻过程的热特性参数与热焓之间的预热模型,可知淡水鱼的冻结相变焓越小,其冻结速率越快^[4],这与本试验观察到的腌制程度越高(调理时间越长)草鱼片的冻结速率越高的现象是一致的。其原因是随着调理时间延长,调理鱼片的含水量和冰点显著降低、固形物含量和食盐含量显著增加,同时,在食盐作用下,鱼片中肌球蛋白和肌动蛋白吸收大量水分并结合形成了凝胶状,使冻结过程中的可熔融的自由水含量降低,从而使鱼片冻结释放的热焓和相变潜热降低,导致草鱼片的冻结速率加快、通过最大冰晶带所需时间缩短。

水产品中自由水含量较高,这些自由水在冷冻加工过程中由液态转化为固态,必然会释放出热量,自由水含量越高则冻结相变焓越大^[17]。这与本试验观察到的现象类似,随着调理程度的加深,鱼肉内的水分含量显著下降(表 1),其自由水含量也会随之下降,同时其冻结相变焓也有一定程度降低,会使草鱼片通过最大冰晶带的时间减少,从而使其冻结速率加快,对草鱼片冻结后的品质保持有一定的作用。

表 3 不同液氮冻结温度对草鱼片冻后质构特性的影响

Table 3 Effect of liquid nitrogen freezing temperature on texture characteristics of grass carp fillet after freezing and thawing

冻结条件 Freezing condition	调理 0 h Processing 0 h						调理 2 h Processing 2 h						调理 4 h Processing 4 h						调理 6 h Processing 6 h					
	硬度/g Hardness			弹性 Springiness			咀嚼性/g Chewiness			硬度/g Hardness			弹性 Springiness			咀嚼性/g Chewiness			硬度/g Hardness			弹性 Springiness		
	5 841± 565a	0.54± 0.05a	1 534± 275a	4 396± 263a	0.50± 0.02a	892± 71a	3 754± 281a	0.49± 0.01a	728± 46a	2 583± 373a	0.50± 0.05a	438± 74a												
-18 °C F	2 912± 222c	0.52± 0.04a	578± 92b	2 361± 253c	0.50± 0.05a	353± 155b	2 110± 332b	0.46± 0.06a	271± 126c	1 683± 250c	0.42± 0.04b	189± 52c												
	3 409± 173b	0.50± 0.03ab	537± 67b	2 687± 170bc	0.48± 0.04a	402± 73b	2 363± 226b	0.48± 0.04a	339± 296c	2 156± 270bc	0.48± 0.04a	321± 48b												
-80 °C LNSF	3 483± 363b	0.51± 0.03a	588± 68b	2 736± 342b	0.49± 0.04a	394± 65b	2 471± 268b	0.48± 0.03a	311± 47bc	2 206± 567ab	0.48± 0.04a	329± 117b												
	3 499± 220b	0.51± 0.02a	562± 45b	2 788± 271b	0.48± 0.06a	411± 118b	2 461± 234b	0.48± 0.03a	321± 87bc	2 150± 326bc	0.48± 0.02a	307± 46b												
-196 °C LNIF	3 384± 186b	0.46± 0.01b	621± 58b	2 585± 104bc	0.46± 0.03a	441± 56b	2 293± 274b	0.46± 0.03a	397± 59b	2 147± 249bc	0.46± 0.02ab	375± 99ab												

表 4 不同液氮冻结温度对草鱼片冷冻-解冻后盐溶性蛋白含量的影响

Table 4 Effect of liquid nitrogen freezing temperature on cold soluble protein content of freeze-dried corn fillets before and after freezing and thawing

冻结条件# Freezing condition		调理 0 h Processing 0 h		调理 2 h Processing 2 h		调理 4 h Processing 4 h		调理 6 h Processing 6 h	
	CK								
-18 °C F	149.62 ± 1.64a	141.09 ± 5.97a	135.21 ± 7.39a	126.38 ± 7.50a					
-60 °C LNSF	120.21 ± 5.95c	113.83 ± 2.96c	108.34 ± 5.95c	105.60 ± 3.51d					
-80 °C LNSF	134.91 ± 2.33b	123.74 ± 3.53b	118.54 ± 0.17b	112.56 ± 2.41cd					
-100 °C LNSF	139.03 ± 4.09b	135.11 ± 3.68a	126.28 ± 6.18ab	116.28 ± 1.67bc					
-196 °C LNIF	139.81 ± 7.40b	135.40 ± 2.95a	125.50 ± 3.86b	115.11 ± 1.96bc					
	140.50 ± 2.90b	134.62 ± 2.70a	127.75 ± 2.07ab	122.95 ± 1.8ab					

表 5 不同液氮冻结温度对草鱼片冻结-解冻后弛豫峰面积的影响

Table 5 Effect of liquid nitrogen freezing temperature on relaxation peak area P_2 after freezing and thawing of grass carp fillet

冻结条件 Freezing condition	调理 0 h Processing 0 h		调理 2 h Processing 2 h		调理 4 h Processing 4 h		调理 6 h Processing 6 h	
	$P_{21}/\%$	$P_{22}/\%$	$P_{21}/\%$	$P_{22}/\%$	$P_{21}/\%$	$P_{22}/\%$	$P_{21}/\%$	$P_{22}/\%$
CK	96.24±0.28b	0.47±0.02e	97.02±0.55b	0.30±0.02c	97.12±0.38b	0.08±0.01d	96.74±0.24b	0.03±0.01e
-18 °C F	87.97±1.50d	7.30±1.22a	90.50±0.38e	5.61±0.44a	90.71±0.53e	5.47±0.54a	91.40±0.45e	4.65±0.44a
-60 °C LNSF	90.40±0.37c	5.41±0.46b	93.97±0.39c	3.63±0.33b	93.40±0.44c	2.70±0.27b	93.16±0.51d	2.21±0.27b
-80 °C LNSF	91.93±0.39c	4.26±0.31c	92.09±0.36d	3.55±0.40b	92.76±0.19d	2.44±0.23b	94.56±0.27c	1.73±0.18c
-100 °C LNSF	91.57±0.35c	4.12±0.32c	92.69±0.37d	3.30±0.27b	93.88±0.29c	2.48±0.25b	94.54±0.36c	1.64±0.16c
-196 °C LNIF	97.91±1.17a	0.98±0.30d	98.62±0.23a	0.54±0.13c	98.80±0.12a	0.30±0.03c	98.80±0.50a	0.14±0.03d

注: P_{21} :不易流动水峰面积所占比例; P_{22} :自由水峰面积所占比例。Note: P_{21} : Proportion of immobilized water; P_{22} : Proportion of free water.

3.2 液氮冻结温度对草鱼片品质的影响

冻结温度是决定草鱼片的冻结速率的关键因素。草鱼片在慢速冻结过程中其所含的水分会被冻结而形成大量冰晶,冻结速率越慢则形成的冰晶越大、数量越少,对肌原纤维造成损伤越大,草鱼片的持水性降低,再经加热后,鱼片中的水分更容易丧失^[18-20],而冻结速率越快则形成的冰晶越小、数量越多,对肌肉组织的损伤程度越小^[21],从而有利于草鱼片在冻结后持水性的稳定^[22]。采用超低温冻结方式,可加快冻结速率、缩短通过最大冰晶带的时间,有效保持鱼肉持水性、质构特性等品质。有研究表明,使用液氮速冻可有效提高乌鳢^[21]、小黄鱼^[23]和大黄鱼^[18]的冻结速率,提高解冻后产品品质,但有关液氮温度对产品冻结速率和品质的影响鲜有报道。

本试验以调理 0、2、4、6 h 的 4 种草鱼片为对象,以 -18 °C 空气慢速冻结为对照,研究了 -60、-80、-100 和 -196 °C 液氮冻结处理对草鱼片品质的影响。结果表明,低温液氮速冻处理组草鱼片品质指标下降幅度显著低于 -18 °C 慢冻组。在液氮速冻组中,-196 °C 液氮浸渍冻结处理的草鱼片冻结速率最快,各项指标的下降幅度最低,但与 -80、-100 °C 液氮喷淋冻结组草鱼片的质构特性、蒸煮损失率、盐溶性蛋白含量等指标下降幅度无显著性差异,且调理处理可以提高草鱼片冻结-解冻后品质的稳定性。尽管本研究未对比 -35~ -40 °C 冻结温度对调理草鱼片品质的影响,但已有研究表明 -35 °C 空气速冻与其他冻结方式相比,液体介质速冻的鱼片品质好于空气冻结的鱼片,且在同种介质冻结条件下,冻结温度越低,调理鱼片的品质越好^[24]。-80 °C 液氮喷淋冻结处理对鱼肉细胞的低

温损伤较小^[25],对产品在冻结过程中的品质保持起着协同作用。综合考虑产品品质和经济效益,选择 -80 °C 液氮喷淋冻结方式作为调理草鱼片的适宜液氮冻结温度。

液氮冻结温度对调理草鱼片的品质有显著影响。低温冻结处理可加快草鱼片的冻结速率、抑制草鱼片冻结过程中的水分迁移作用,从而提高草鱼片在冻结过程中质构特性、持水性和蛋白质稳定性。在 5 种冻结方式中,采用 -80 °C 液氮喷淋冻结的草鱼片的质构特性、蒸煮损失率、盐溶性蛋白含量等指标与 -100 °C 液氮喷淋冻结、-196 °C 液氮浸渍冻结的样品无显著差异,但显著高于 -18 °C 冻结和 -60 °C 液氮喷淋冻结的草鱼片,且调理处理可提高草鱼片的冻结-解冻稳定性,调理 6 h 的草鱼片的品质稳定性最好。将调理 6 h 的草鱼片用 -80 °C 液氮冻结处理,可获得高品质的调理草鱼片。

参考文献 References

- [1] 李娜,蔡鲁峰.调理食品及其发展现状与趋势探讨[J].粮食与食品工业,2020,27(1):31-34.LI N,CAI L F.Prepared foods and its development status and trend[J].Cereal & food industry,2020,27(1):31-34(in Chinese with English abstract).
- [2] 农业农村部渔业渔政管理局. 2020 中国渔业统计年鉴[M]. 北京: 中国农业出版社, 2020. Bureau of Fisheries, Ministry of Agriculture and Rural Affairs of the People's Republic of China. 2020 China fishery statistical yearbook[M]. Beijing: China Agriculture Press, 2020(in Chinese).
- [3] 任章睿,熊善柏,胡杨,等.真空浸渍处理对调理草鱼片品质的影响[J].食品安全质量检测学报,2020,11(12):3831-3839.REN Z R,XIONG S B,HU Y,et al.Effect of vacuum impregnation on quality of seasoned grass carp fillets[J].Journal of food safety & quality, 2020, 11 (12): 3831-3839 (in Chinese)

- with English abstract).
- [4] 鲁长新.淡水鱼肌肉的热特性研究[D].武汉:华中农业大学,2007.LU C X. Studies on the thermal properties of fresh water fish muscle[D]. Wuhan: Huazhong Agricultural University, 2007(in Chinese with English abstract).
- [5] GALLART-JORNET L, BARAT J M, RUSTAD T, et al. Influence of brine concentration on Atlantic salmon fillet salting [J]. Journal of food engineering, 2007, 80(1): 267-275.
- [6] AHMED Z, DONKOR O, STREET W A, et al. Calpains- and cathepsins-induced myofibrillar changes in post-mortem fish: impact on structural softening and release of bioactive peptides [J]. Trends in food science & technology, 2015, 45(1): 130-146.
- [7] YU L X, JIANG Q X, YU D W, et al. Quality of giant freshwater prawn (*Macrobrachium rosenbergii*) during the storage at -18 °C as affected by different methods of freezing[J]. International journal of food properties, 2018, 21(1): 2100-2109.
- [8] YANG F, JING D T, DIAO Y D, et al. Effect of immersion freezing with edible solution on freezing efficiency and physical properties of obscure pufferfish (*Takifugu obscurus*) fillets [J/OL]. LWT-food science and technology, 2020, 118: 108762 [2021-02-17].<https://doi.org/10.1016/j.lwt.2019.108762>.
- [9] 周俊鹏,朱萌,章蔚,等.不同冷冻方式对淡水鱼品质的影响[J].食品科学,2019,40(17):247-254.ZHOU J P, ZHU M, ZHANG W, et al. Effect of different freezing methods on the quality of freshwater fish[J]. Food science, 2019, 40(17): 247-254(in Chinese with English abstract).
- [10] 宋敏,许艳顺,夏文水,等.冻结方式对鮰鱼片品质的影响[J].食品科技,2017,42(8):154-159.SONG M, XU Y S, XIA W S, et al. Effects of different freezing methods on the quality of channel catfish fillets[J]. Food science and technology, 2017, 42(8): 154-159(in Chinese with English abstract).
- [11] LIU D S, LIANG L, XIA W S, et al. Biochemical and physical changes of grass carp (*Ctenopharyngodon idella*) fillets stored at -3 and 0 °C [J]. Food chemistry, 2013, 140(1/2): 105-114.
- [12] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会.食品安全国家标准 食品中水分的测定: GB 5009.3—2016[S].北京:中国标准出版社,2017.National Health Commission of the People's Republic of China. National standard of food safety: determination of moisture in food: GB 5009.3—2016[S]. Beijing: Standards Press of China, 2017(in Chinese).
- [13] 孙平.食品分析[M].北京:化学工业出版社,2005.SUN P. Foods analysis[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2005 (in Chinese).
- [14] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会.食品安全国家标准 食品中氯化物的测定:GB 5009.44—2016[S].北京:中国标准出版社,2017.National Health Commission of the People's Republic of China. National standard of food safety: determination of chloride in food: GB 5009.44—2016[S]. Beijing: Standards Press of China, 2017(in Chinese).
- [15] 李里特.食品物性学[M].北京:中国农业出版社,2001.LI L T. Physical character of food [M]. Beijing: China Agriculture Press, 2001(in Chinese).
- [16] 李玮,赵思明,熊善柏,等.羧甲基壳聚糖与NaCl组合漂洗制备白鲢鱼糜工艺条件优化[J].食品科学,2015,36(20):26-31.LI W, ZHAO S M, XIONG S B, et al. Optimization of processing conditions of silver carp surimi prepared by combined carboxymethyl chitosan/sodium chloride rinsing [J]. Food science, 2015, 36(20): 26-31(in Chinese with English abstract).
- [17] 肖义,周国燕,胡桐记,等.用DSC测定兔主动脉血管冻结相变区间的表观比热容及其影响因素[J].制冷学报,2005,26(1): 38-43.XU Y, ZHOU G Y, HU T J, et al. Apparent specific heat measurements of rabbit artery during freezing phase transition by DSC[J]. Refrigeration journal, 2005, 26(1): 38-43 (in Chinese with English abstract).
- [18] LUAN L L, WANG L P, WU T T, et al. A study of ice crystal development in hairtail samples during different freezing processes by cryosectioning versus cryosubstitution method [J]. International journal of refrigeration, 2018, 87: 39-46.
- [19] 廖媛媛.不同冻结方式对大黄鱼品质影响的研究[D].宁波:宁波大学,2014. LIAO Y Y. Study on quality changes of pseudosciaena crocea subject to different freezing methods[D]. Ningbo: Ningbo University, 2014 (in Chinese with English abstract).
- [20] LI D M, ZHU Z W, SUN D W. Effects of freezing on cell structure of fresh cellular food materials: a review [J]. Trends in food science & technology, 2018, 75: 46-55.
- [21] 刘书来,张振宇,唐文燕,等.不冻液冻结乌鳢块冻藏过程中品质变化[J].食品科学,2019,40(1):256-262.LIU S L, ZHANG Z Y, TANG W Y, et al. Effect of immersion freezing on quality changes of snakehead blocks during frozen storage [J]. Food science, 2019, 40 (1): 256-262 (in Chinese with English abstract).
- [22] LUO X Y, LI J L, YAN W L, et al. Physicochemical changes of MTGase cross-linked surimi gels subjected to liquid nitrogen spray freezing[J]. International journal of biological macromolecules, 2020, 160: 642-651.
- [23] 董开成.不同低温预处理对小黄鱼贮藏过程中品质的影响[D].杭州:浙江大学,2015.DONG K C. Effect of different pre-frozen methods on the quality of small yellow croaker[D]. Hangzhou: Zhejiang University, 2015(in Chinese with English abstract).
- [24] 张志广.冷冻对养殖大黄鱼品质影响的研究[D].杭州:浙江工商大学,2010.ZHANG Z G. Study on quality changes of cultured large yellow croaker subjected to different freeze methods[D]. Hangzhou: Zhejiang Gongshang University, 2010 (in Chinese with English abstract).
- [25] 于刚,杨少玲,张慧,等.不同冻结方式对黄鳍金枪鱼品质变化的比较研究[J].食品工业科技,2015,36(10):325-329.YU G, YANG S L, ZHANG H, et al. Comparison of four different freezing techniques about the preservation effects on yellowfin tuna [J]. Science and technology of food industry, 2015, 36 (10): 325-329(in Chinese with English abstract).

Effect of liquid nitrogen freezing temperature on quality of seasoned grass carp fillets

LI Xiang, REN Zhangrui, HU Yang, LIU Ru, XIONG Shanbai

College of Food Science and Technology, Huazhong Agricultural University/
China Engineering Research Center of Green Development for Conventional Aquatic
Biological Industry in the Yangtze River Economic Belt, Ministry of Education/
National R&D Branch Center for Conventional Fresh Water Fish Processing (Wuhan),
Wuhan 430070, China

Abstract Compared with the cold air freezing method, the liquid nitrogen freezing method has a faster freezing rate and is more conducive to maintaining the quality of frozen aquatic products. It has been used in the processing of aquatic products such as shrimp and pufferfish. In order to study the effect of different liquid nitrogen freezing temperature on the quality of seasoned grass carp fillets, the grass carp (*Ctenopharyngodon idellus*) were seasoned by vacuum dipping and frozen with liquid nitrogen at -60°C , -80°C , -100°C and -196°C . The results showed that the liquid nitrogen freezing temperature significantly influenced the quality of seasoned fish fillets. As the freezing temperature decreased, the freezing rate of seasoned fish fillets significantly increased, and the hardness, chewiness, and salt-soluble protein content of the seasoned fish fillets increased, while the thawing loss rate and the cooking loss rate decreased. Moreover, the texture characteristics, cooking loss rate and salt-soluble protein content of fish fillets frozen by liquid nitrogen spraying at -80°C were not significantly different from those frozen by liquid nitrogen spraying at -100°C and liquid nitrogen dipping at -196°C , but significantly higher than those frozen at -18°C and -60°C . Furthermore, the conditioning treatment could improve the freezing-thawing stability of fish fillets. And the quality stability of fish fillets seasoned for 6 h was the best. Grass carp fillets with high qualities could be obtained by freezing fish fillets with liquid nitrogen at -80°C for 6 h. The study can provide technical support for the production of high-quality frozen and conditioned grass carp fillets, and the appropriate temperature for the processing of frozen conditioned aquatic products.

Keywords liquid nitrogen spray freezing; freezing temperature; seasoned aquatic products; grass carp; seasoned fish fillets; frozen preservation; water binding capacity

(责任编辑:赵琳琳)