



## 即食鱼胶产品的杀菌工艺

袁毅<sup>1,2</sup>, 姜启兴<sup>1,2\*</sup>, 高沛<sup>1,2</sup>, 杨方<sup>1,2</sup>,  
余达威<sup>1,2</sup>, 许艳顺<sup>1,2</sup>, 夏文水<sup>1,2\*</sup>

(1. 江南大学食品学院, 江苏 无锡 214122;

2. 江南大学, 江苏省食品安全与质量控制协同创新中心, 江苏 无锡 214122)

**摘要:** 为了改进鱼胶的热杀菌工艺, 减少鱼胶杀菌后品质的劣化。实验以美国红鱼鱼胶为对象, 确定了在  $F$  (杀菌强度) 为 4.5 min 时不同杀菌温度下的杀菌工艺, 通过物性分析、低场核磁分析和红外光谱分析等方法, 研究了不同杀菌温度对鱼胶质构、色泽、胶原蛋白含量、水分分布以及二级结构的影响。结果显示, 为达到  $F=4.5$  min, 在 110、115、121 和 1 和 125 °C 下, 鱼胶产品分别需要杀菌 56.44、15.85、3.46 和 0.92 min, 杀菌后的鱼胶产品均能达到商业无菌状态。在 110~125 °C, 杀菌后的鱼胶能保持一定的蛋白结构。随着杀菌温度的升高, 鱼胶的亮度  $L^*$  值和  $b^*$  值分别由 59.78 和 17.80 逐渐下降至 49.65 和 11.25,  $a^*$  值无显著变化; 鱼胶的硬度和剪切力显著上升、黏性下降, 经 125 °C 杀菌后分别为 37.02 g 和 34.24 g·s, 黏性为 -2.82 g; 样品的胶原蛋白含量上升、析出减少, 110 和 125 °C 杀菌后鱼胶中胶原蛋白的含量分别为 7.62% 和 14.92%, 溶液中胶原蛋白浓度分别为 3.33 和 0.15 mg/mL。110 °C 杀菌后鱼胶内水分的自由度最高, 鱼胶内自由水的比例随杀菌温度的升高而下降。研究表明, 即食鱼胶在较高的温度下杀菌后亮度降低, 但维持了更好的质构以及更高的胶原蛋白含量, 保持了较好的品质。本研究对于促进鱼胶的加工利用, 提高杀菌即食水产品的品质具有重要的实践意义。

**关键词:** 眼斑拟石首鱼; 鱼胶; 即食; 杀菌温度; 胶原蛋白; 品质

中图分类号: S 983

文献标志码: A

鱼胶即鱼鳔的干制品, 也称鱼肚、花胶, 与海参、燕窝等名贵食材一起统称为“八珍”, 素有“海洋人参”之誉。鱼胶富含胶原蛋白<sup>[1]</sup>、维生素及多种微量元素, 具有极高的食用和药用价值, 是理想的高蛋白食品<sup>[2]</sup>。传统上, 鱼胶主要通过直接烹饪或者经初加工制成干制品在市面上销售, 但是干制品食用前要经过清洗、泡发、蒸煮等工序, 较为繁琐, 极大地限制了鱼胶产品的发展。近年来, 随着人们健康意识的提升, 我国鱼胶行业的规模在逐年扩大, 2020 年我国鱼胶产量达到

7 495 t<sup>[3]</sup>, 鱼胶的深加工也得到了快速发展, 已开发出了鱼鳔饮料、鱼鳔肉糕、风味鱼鳔片、鱼鳔膨化脆片等多种产品。其中, 即食鱼胶是市场占有率最大且最受消费者欢迎的制品。

目前鱼胶加工企业在杀菌过程中往往只关注食品的安全性而忽视了热杀菌工艺对食品品质的破坏<sup>[4]</sup>。过度杀菌或不合理的杀菌工艺会极大破坏鱼胶原有的口感、风味和营养价值, 甚至导致鱼胶杀菌后出现溶解软烂现象。目前, 研究人员针对不同杀菌温度对鱼产品品质的影响进行了

收稿日期: 2021-12-30 修回日期: 2022-02-27

资助项目: 江苏现代农业产业技术体系专项 [JATS(2021)508]; 国家大宗淡水鱼产业技术体系项目 (CARS-45-27); 国家食品科学与工程一流学科建设项目 (JUFSTR20180201)

第一作者: 袁毅 (照片), 从事水产品加工与贮藏研究, E-mail: 459778688@qq.com

通信作者: 姜启兴, 从事食品加工与保藏研究, E-mail: qixingj@163.com;

夏文水, 从事食品加工与保藏研究, E-mail: xiaws@jiangnan.edu.cn



研究。例如, 张迎东等<sup>[5]</sup>发现, 杀菌温度对鲢 (*Hypophthalmichthys molitrix*) 鱼糜口感和弹性的影响较大, 温度越高, 鱼糜凝胶被破坏的程度越大, 造成弹性不足, 综合考虑, 鲢鱼糜罐头的最佳杀菌温度为 118 °C。姜启兴等<sup>[6]</sup>发现, 在 110~129 °C 温度范围内, 随着杀菌温度的升高, 斑点叉尾鮰 (*Ictalurus punctatus*) 软罐头产品的质构、色泽与感官都有显著提升。但目前对于鱼胶的研究主要集中在其功效因子的开发利用<sup>[7]</sup>, 以及鱼胶中胶原蛋白的提取<sup>[8-9]</sup>与改性<sup>[10]</sup>。热稳定性方面的研究也仅仅是针对鱼胶中提取后的胶原蛋白<sup>[11]</sup>, 热杀菌对鱼胶整体品质影响的研究仍不明晰。

因此, 为解决鱼胶经高温杀菌后质构软烂等问题, 本研究选择国内常见广盐性眼斑拟石首鱼 (*Sciaenops ocellatus*) 的鱼胶作为对象, 分析了鱼胶产品品质受不同杀菌温度的影响, 以期在确保安全的情况下减少高温对鱼胶产品的破坏, 避免过度杀菌后鱼胶质构的劣化, 为鱼胶产品加工的发展提供思路和理论依据。据。

## 1 材料与方 法

### 1.1 材料与试剂

眼斑拟石首鱼鱼胶由大洲新燕(厦门)生物科技有限公司提供; 羟脯氨酸试剂盒购于北京索莱宝生物科技有限公司; 氢氧化钠、盐酸均为分析纯, 购于国药集团化学试剂有限公司。

### 1.2 仪器与设备

物性分析仪 (TA.XTPlus) (英国 SMS 公司); 色彩色差计 (TS20) (深圳市三恩时科技有限公司); 紫外-可见分光光度计 (UV-1000) (上海天美科学仪器有限公司); 真空封口机 (DZ-280/2SE) (东莞市金桥科技电器制造有限公司); 灭菌高温温度记录仪 (CH-150) [ 驰煌测控技术 (上海) 有限公司 ]; 立式压力蒸汽灭菌锅 (西安常仪生化仪器设备有限公司); 电热鼓风干燥箱 (上海一恒科学仪器有限公司); 电热恒温培养箱 (上海捷呈实验仪器有限公司); 傅里叶红外光谱仪 (IS10) (美国 Nicolet 公司); 低场核磁共振成像仪 (MesoMR23-060V-I) (苏州纽迈分析仪器股份有限公司); 差示扫描量热仪 (DSC3) (瑞士梅特勒-托利多公司)。

### 1.3 实验方法

**产品预处理** 取鱼胶约 1 g, 浸没于纯净水中, 置于 4 °C 下泡发 4 h。泡发结束后沥干,

吸干鱼胶表面水分, 称量泡发后的重量, 放入真空包装袋, 按 1 : 6 (质量体积分数) 的比例加入纯净水后真空密封, 置于杀菌锅中灭菌, 反压冷却约至 70 °C, 取出后流动水冷却至室温。

**杀菌曲线的绘制** 使用无线温度探头测量杀菌过程中鱼胶中心和杀菌锅内的温度, 110、115、121 和 125 °C 下数据采集器分别设置为每间隔 1 min、1 min、0.5 min 和 10 s 记录一次, 绘制样品中心温度以及环境温度的变化曲线, 计算得出相应的鱼胶中心和杀菌锅内的杀菌强度 ( $F$  值)。

$F$  值的计算

$$F = \int_0^t 10^{(T-121.1)/Z} dt$$

式中,  $t$  为杀菌时间 (s),  $T$  为对应时间样品的中心温度 (°C), 一般以 90 °C 作为起点温度,  $Z$  为微生物的温度敏感性, 一般取 10 °C<sup>[12]</sup>。

**商业无菌的确定** 参考 GB4789.26—2013。

**质构的测定** 测定参数参考 Riebroy 等<sup>[13]</sup>的方法。将杀菌后的鱼胶冷却至室温, 裁剪成 2 cm×2 cm 的形状, 采用 TA.XTPlus 物性分析仪进行分析, 探头 P/2N, 每组测试 2 次, 测试参数: 测试速率 1 mm/s, 测试距离 2 mm, 记录其硬度和黏性。探头 A/CKB, 每组测试 2 次, 测试参数设置: 测前速率为 2 mm/s, 测试速率为 1 mm/s, 测后速率为 2 mm/s, 压缩程度 10%, 间隔时间 5 s, 记录其剪切力。每组样品测定 6 个平行, 取平均值。

**色泽的测定** 采用 LAB 表色系统<sup>[14]</sup>进行色差分析,  $L^*$  表示亮度值,  $L^*=0$  表示黑色,  $L^*=100$  表示白色。  $a^*$  表示红绿值,  $a^*>0$  表示红度, 相反则为绿度。  $b^*$  表示黄蓝值,  $b^*>0$  表示黄度, 相反则为蓝度。将灭菌后的鱼胶从包装袋中取出, 吸干表面水分, 用色差仪测量其  $L^*$ 、 $a^*$  和  $b^*$  值, 不同条件下每组取 3 块, 重复测定 6 次取平均值。

**胶原蛋白含量的测定** 参考申京宇等<sup>[15]</sup>的方法并进行调整, 分别将 0.4 g 鱼胶以及 0.2 mL 包装袋内的溶液于在 110 °C 下消化 4 h, 按照羟脯氨酸试剂盒的使用说明进行检测, 得出鱼胶样品以及包装袋内溶液的羟脯氨酸含量, 再乘以 11.1 的系数<sup>[16]</sup>, 得到胶原蛋白含量。

**傅里叶红外光谱 (FTIR) 分析** 参考 Pal 等<sup>[17]</sup>的方法并适当修改, 将灭菌后的鱼胶冻干, 采用 IS10 型傅里叶变换红外光谱仪测定, 扫描波数范围为 4 000~500  $\text{cm}^{-1}$ , 分辨率为 4  $\text{cm}^{-1}$ , 扫描信号累加 32 次, 以空气为空白。

低场核磁 (LF-NMR) 的测定 参考张彪等<sup>[18]</sup>的方法并进行调整, 采用 CPMG 序列测定横向弛豫时间  $T_2$ 。设置的测试条件参数: 采样频率 200 kHz, 开始采样时间 (RFD) 0.3 ms, 90°脉冲时间 (P1) 8  $\mu$ s, 180°脉冲时间 (P2) 15.04  $\mu$ s, 重复间隔时间 (TW) 2 000 ms, 回波个数 (NECH) 5 000, 累计采样次数 (NS) 16, 模拟增益 (RG1) 20 dB, 数字增益 (DRG 1) 2 dB, 最后通过 NiumagInvert 软件反演获得  $T_2$  图谱, 计算获得各弛豫峰的弛豫时间以及峰面积。其中弛豫时间点数量为 100, 迭代次数为  $10^6$  次, 弛豫时间为 0.01~1 000.00 ms。

数据分析 采用 SPSS 20.0 软件进行数据显著性差异分析, 采用 Origin 8.6 软件进行图表绘制。

## 2 结果

### 2.1 杀菌强度的确定

由于鱼胶样品和包装袋较薄, 鱼胶中心与环境温度在杀菌过程的升温与降温环节中基本保持一致, 能够较快升温至设置温度并保持稳定。

鱼胶杀菌后水分含量在 85% 左右, 且水分活度大, 同时 pH 值接近中性, 属于低酸性食品。因此, 肉毒梭状芽胞杆菌 (*Clostridium botulinum*) 为鱼胶产品的主要杀菌对象。肉毒杆菌芽孢的耐热性较高,  $D_{121.1\text{ }^\circ\text{C}}=0.21\text{ min}$ , 取  $F=12D=0.21\text{ min}\times 12=2.52\text{ min}$ <sup>[6]</sup> ( $D$  值是指 121.1 $^\circ\text{C}$  下杀灭 90% 微生物所需的时间, 肉毒梭状芽胞杆菌的  $D$  值为 0.21 min, 12D 即杀灭 99.999999999% 的微生物)。为了保证安全, 现实生产中往往在  $F=3\text{ min}$  的基础上, 根据实际情况适当增加杀菌强度。考虑到传热以及受热均匀等问题, 本研究在此基础上增加了 50% 的安全系数, 即杀菌强度为 4.5 min。从图 1 中的  $F$  值曲线中扣除升、降温过程的  $F$  值, 可以推断出在 110~125  $^\circ\text{C}$  杀菌温度下达到  $F=4.5\text{ min}$  所需的恒温杀菌时间分别为 56.44、15.85、3.46 和 0.92 min。经商业无菌实验证明, 该杀菌强度下不同杀菌温度均能保证鱼胶的安全性 (表 1)。

### 2.2 杀菌温度对鱼胶质的影响

在相同杀菌强度下, 鱼胶的硬度和剪切力随着杀菌温度的上升而显著上升 ( $P<0.05$ ) (表 2), 从

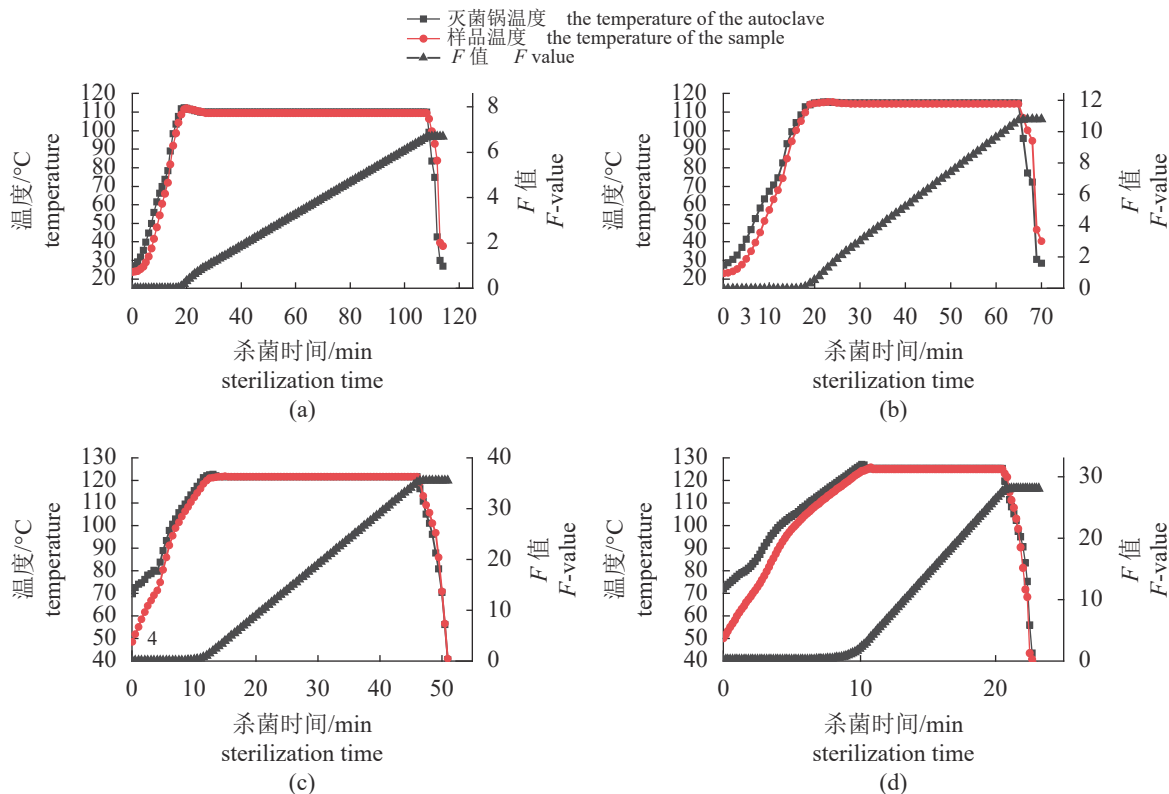


图 1 各杀菌温度下的传热曲线与杀菌强度  $F$  值

Fig. 1 Heat transfer curve and  $F$ -value of sterilization intensity at different sterilization temperature

(a) 110  $^\circ\text{C}$ , (b) 115  $^\circ\text{C}$ , (c) 121  $^\circ\text{C}$ , (d) 125  $^\circ\text{C}$ .

表 1 不同杀菌温度所需的杀菌时间

Tab. 1 Time required for sterilization at different sterilization temperature

杀菌温度/°C sterilization temperature	升温阶段F值/min the F-value in the heating phase	降温阶段F值/min the F-value in the cooling phase	恒温阶段F值/min the F-value in the thermostatic phase	恒温时间/min thermostatic time	是否涨袋或异常 bulg/abnormal
110	0.08	0.04	4.38	56.44	否
115	0.56	0.05	3.89	15.85	否
121	0.64	0.40	3.46	3.46	否
125	1.25	0.50	2.25	0.92	否

110°C 的 14.34 g 和 20.95 g·s 上升到 125°C 的 37.02 g 和 34.24 g·s, 分别上升了 158.2% 和 63.4%。而鱼胶的黏性由 110°C 的 -5.51 g 显著下降到的 115°C 的 -3.59 g 后 ( $P<0.05$ ), 随杀菌温度的上升不再有显著变化 ( $P>0.05$ )。

表 2 不同杀菌温度下鱼胶的质构

Tab. 2 Effect of different sterilization temperature on texture of isinglass

杀菌温度/°C sterilization temperature	110	115	121	125
硬度/g hardness	14.34±1.10 <sup>a</sup>	22.16±1.97 <sup>b</sup>	30.08±1.50 <sup>c</sup>	37.02±1.85 <sup>d</sup>
黏性/g viscosity	-5.51±0.28 <sup>b</sup>	-3.59±0.18 <sup>a</sup>	-3.33±0.17 <sup>a</sup>	-2.82±0.14 <sup>a</sup>
剪切力/(g·s) shear force	20.95±1.25 <sup>a</sup>	29.99±1.50 <sup>b</sup>	32.10±1.31 <sup>b</sup>	34.24±1.21 <sup>c</sup>

注: 不同字母代表存在显著差异( $P<0.05$ ), 下同。  
Notes: Different superscripts mean significant difference ( $P<0.05$ ), the same below.

### 2.3 杀菌温度对鱼胶胶原蛋白含量的影响

随着杀菌温度的上升, 与 110°C 杀菌后的鱼胶相比, 后三者鱼胶样品中的胶原蛋白含量显著增加 ( $P<0.05$ ) (图 2), 从 110°C 的 0.08 g/g 上升至 125°C 的 0.15 g/g, 而溶液中胶原蛋白含量变化趋势相反, 随着杀菌温度的升高, 溶液中的胶原蛋白含量显著减少 ( $P<0.05$ ), 从 110°C 的 3.33 mg/mL 下降至 0.15 mg/mL。

### 2.4 杀菌温度对鱼胶色泽的影响

在相同杀菌强度下, 随着杀菌温度的上升, 4 组鱼胶的  $L^*$  值逐渐降低 (图 3), 其中 110°C 时  $L^*$  值最大, 为 59.78, 125°C 时最小, 为 49.28。鱼胶在 110°C 杀菌后的  $b^*$  值最大, 其他三种杀菌温度下鱼胶之间的  $b^*$  值没有显著差异 ( $P>0.05$ ), 而随着杀菌温度的改变,  $a^*$  值一直没有发生显著变化 ( $P>0.05$ ), 保持稳定。

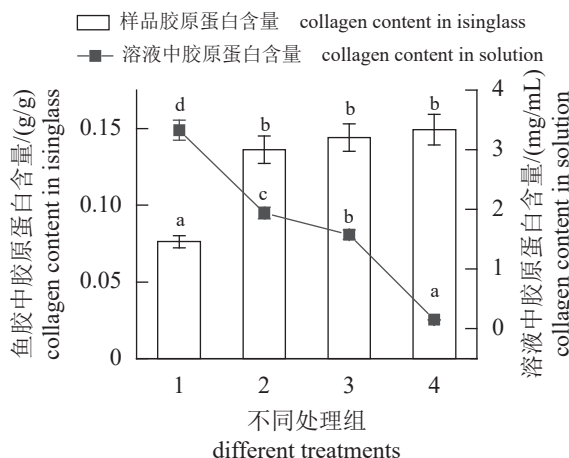


图 2 不同杀菌温度下鱼胶及溶液中胶原蛋白含量  
1. 110°C, 2. 115°C, 3. 121°C, 4. 125°C, 不同字母代表存在显著差异 ( $P<0.05$ ), 图 3 同。

Fig. 2 Collagen content in isinglass ana solution at different steriligation temperature

1. 110°C, 2. 115°C, 3. 121°C, 4. 125°C, different letters indicate significant difference ( $P<0.05$ ), the same as Fig.3.

### 2.5 杀菌温度对产品水分分布的影响

弛豫时间与氢质子的自由度和所受的束缚力相关, 能够直接反映样品内部氢质子的状态和水分子的分布情况, 不同结合状态的水分可通过样品 LF-NMR 横向弛豫图谱 ( $T_2$ ) 的 3 个弛豫时间和相对峰面积大小加以反映<sup>[19]</sup>。

根据  $T_2$  弛豫时间, 可以将水分分为 3 种状态, 分别是结合水 (1~10 ms)、不易流动水 (10~100 ms) 和自由水 (>100 ms)<sup>[20]</sup>。不同杀菌温度处理后的鱼胶样品均出现了 3 个弛豫峰 (图 4)。表 3 显示了不同样品的弛豫时间和弛豫峰的峰面积。对比不同杀菌温度, 总体上, 随着杀菌温度的提高, 鱼胶结合水、不易流动水弛豫峰面积显著上升 ( $P<0.05$ ), 自由水弛豫峰面积显著下降 ( $P<0.05$ )。结合水、不易流动水的弛豫时间变化较小, 自由水



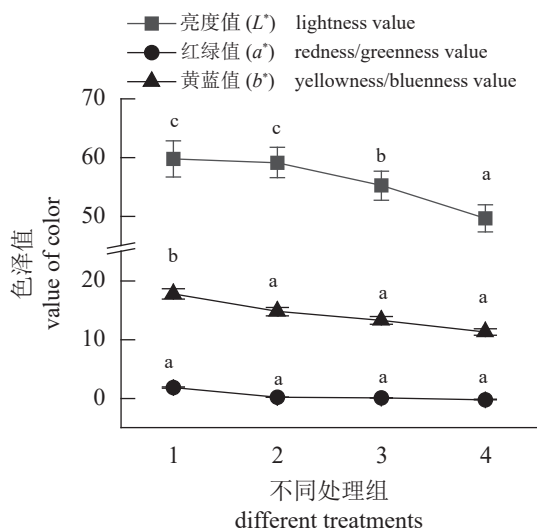


图3 不同杀菌温度下对鱼胶色泽的影响

不同字母表示相同色泽组内存在显著差异 ( $P < 0.05$ )。

Fig. 3 Effect of different sterilization temperature on color of isinglass

Different letters indicate significant difference between the same color groups ( $P < 0.05$ ).

的弛豫时间显著降低 ( $P < 0.05$ )。

### 2.6 杀菌温度对蛋白质结构的影响

不同杀菌温度下鱼胶的红外光谱图显示, 不同组别具有相似的特征吸收峰, 分别为酰胺 A、B、I、II 和 III 吸收峰, 但不完全相同, 说明次生结构有一定差异 (图 5)。此外, 四组红外光谱都具有 I 型胶原蛋白红外光谱的特征吸收峰, 即酰胺 I、II 和 III 吸收峰, 且 125 °C 的波数大于其他杀菌温度 (表 4)。

## 3 讨论

杀菌是即食鱼胶食品加工过程的重要环节, 杀菌过程中常常会出现过度杀菌, 导致产品软烂,

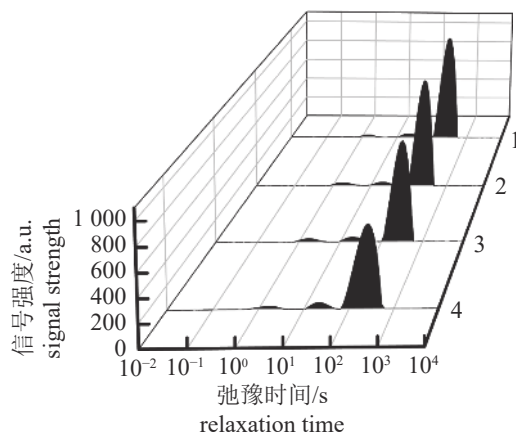


图4 不同杀菌温度下鱼胶的  $T_2$  弛豫图谱

Fig. 4 Effect of different sterilization temperature on  $T_2$  relaxation pattern of isinglass

使得口感下降。硬度、黏性和剪切力直接影响了产品的口感, 是反映水产品感官的重要指标之一<sup>[21]</sup>。而胶原蛋白是结构蛋白之一, 在质构中起着重要作用<sup>[22]</sup>, 硬度和剪切力的差异可能与鱼胶中胶原蛋白的降解程度有关。几种常见鱼类的鱼胶蛋白质含量约在 70%, 其中胶原蛋白含量在 60% 以上<sup>[23]</sup>, 其含量常常作为评价鱼胶品质的重要标准之一。胶原蛋白在剧烈受热 (加热温度高于变性温度) 时, 氢键易发生断裂, 三股螺旋结构受损, 发生降解并析出<sup>[24]</sup>。常见鱼类的鱼胶胶原蛋白热变性温度为 30~45 °C, 远低于杀菌温度<sup>[25-26]</sup>。因此, 鱼胶杀菌时, 胶原蛋白受高温影响, 吸水溶胀变得柔软导致机械强度降低, 在可溶性提高的同时会不断降解成明胶并析出, 表面变得黏稠, 使得黏性上升。

因此, 在较低温度 (110 °C) 杀菌时, 为达到目标杀菌强度, 需要鱼胶的胶原蛋白更长时间受高温影响, 不断降解转变为可溶性胶原及明胶, 溶出到溶液中, 导致样品胶原蛋白含量减少, 溶

表3 不同杀菌温度下鱼胶的水分分布

Tab. 3 Effect of different sterilization temperature on water distribution of isinglass

杀菌温度/°C sterilization temperature	$T_{21}$ /ms	$T_{22}$ /ms	$T_{23}$ /ms	$A_{21}$	$A_{22}$	$A_{23}$
110	1.45±0.06	20.61±1.32	267.34±30.39	140.63±6.53	236.96±9.67	6979.61±467.84
115	1.63±0.11	18.74±1.15	231.01±6.64	179.44±1.73	230.38±9.25	6845.26±135.95
121	1.56±0.06	17.04±0.87	236.67±23.23	214.56±19.51	272.93±15.23	6687.31±135.23
125	1.48±0.18	21.27±4.56	236.67±16.42	231.14±13.20	287.18±18.95	6209.52±125.52

注:  $T_{21}$ 、 $T_{22}$ 、 $T_{23}$  分别代表结合水、不易流动水和自由水的弛豫时间,  $A_{21}$ 、 $A_{22}$ 、 $A_{23}$  分别代表结合水、不易流动水和自由水的弛豫峰面积。  
Notes:  $T_{21}$ ,  $T_{22}$  and  $T_{23}$  represents the relaxation time of bound water, immobilized water and free water, respectively.  $A_{21}$ ,  $A_{22}$  and  $A_{23}$  represents the area of relaxation peak of bound water, immobilized water and free water, respectively.

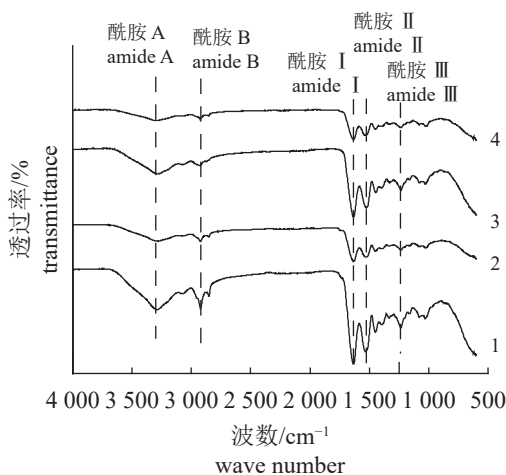


图 5 不同温度杀菌后鱼胶的 FTIR 图

Fig. 5 Effect of different sterilization temperature on FTIR spectrum of isinglass

液中胶原蛋白含量增大, 体现出更小的硬度和剪切力以及更大的黏性。而在较高温度 (125 °C) 杀菌时, 鱼胶受热时间缩短, 显著减少了胶原蛋白的降解与析出, 使得硬度和剪切力相对更大, 黏性减小。鱼胶胶原蛋白含量与质构的变化趋势相似, 说明鱼胶质构的劣化与胶原蛋白的析出与降解相关。

$L^*$ 值的下降说明鱼胶肉质的光泽度在杀菌温度上升过程中有所降低, 表面逐渐变暗。该结果可能是由于在较低温度下杀菌时间长, 鱼胶蛋白质组织结构严重破坏, 组织软烂, 组织间隙内水分增加, 导致反射率增加, 鱼胶  $L^*$ 值上升<sup>[27-28]</sup>。鱼胶中存在少量脂肪, 在长时间高温杀菌后可能会发生氧化, 导致鱼胶发黄,  $b^*$ 值上升。而鱼胶的  $a^*$ 值不受杀菌温度的影响。

从水分状态上看, 不同温度杀菌后的鱼胶都包含 3 种状态的水分, 且以自由水为主。110 °C 杀菌后的自由水弛豫时间大于其他温度, 说明 110 °C 杀菌后对自由水的束缚力最小。随着杀菌温度的提升, 结合水与不易流动水峰面积增大,

自由水峰面积减小, 这可能是由于随着杀菌时间减少, 降低了高温对鱼胶组织结构的破坏, 组织间的间隙相对较小, 减少了结合水与不易流动水的流失与向自由水的转化, 水分含量降低。

酰胺 A 区与 N-H 的伸缩振动相关, 当 N-H 参与生成氢键时吸收峰蓝移, 往往出现在 3 300  $\text{cm}^{-1}$  处<sup>[29]</sup>。酰胺 B 区 (3 000  $\text{cm}^{-1}$ ) 和  $\text{CH}_2$  的不对称弹性振动有关<sup>[30]</sup>,  $\text{CH}_2$  是三级结构的特征基团。酰胺 I、II 和 III 与胶原蛋白的三螺旋结构紧密相关, 是反映蛋白质肽链骨架结构的重要吸收峰。酰胺 I 区与肽链内羰基 ( $\text{C}=\text{O}$ ) 的拉伸振动相关, 是研究蛋白质二级结构的重要区带。酰胺 II 区与 C-N 拉伸耦合及 N-H 伸缩振动相关, 酰胺 III 区参与生成胶原蛋白的三螺旋结构<sup>[31]</sup>。以上区域峰值的存在, 证明不同杀菌温度下鱼胶均包含氢键, 且胶原蛋白保持了一定的三级结构与三螺旋结构<sup>[32]</sup>。在 125 °C 杀菌后酰胺 I、II、III 的波数最大, 说明其蛋白质结构展开程度最小, 结构有序性最高<sup>[33]</sup>。

#### 4 结论

本研究通过测定杀菌曲线, 确定了在 110、115、121 和 125 °C 杀菌温度下达到安全杀菌  $F$  值 ( $F=4.5 \text{ min}$ ) 分别所需的杀菌恒温时间, 并进一步研究了不同杀菌温度对即食鱼胶品质的影响。研究发现在 110~125 °C, 虽然 125 °C 的高温会降低鱼胶色泽, 但鱼胶在杀菌后较好地保持了硬度、剪切力、胶原蛋白含量和蛋白质结构, 自由水比例相对较低。其他杀菌温度下, 鱼胶的硬度、剪切力和胶原蛋白含量随着温度的下降而下降。整体上, 在相同杀菌强度下, 针对鱼胶由于过度杀菌而质构软烂的问题, 可以通过适当升高杀菌温度来降低热杀菌对产品质量的破坏。该结论可为即食鱼胶的加工提供理论依据与参考。

(作者声明本文无实际或潜在的利益冲突)

表 4 不同杀菌温度下鱼胶 FTIR 分析

Tab. 4 FTIR analysis of isinglass

杀菌温度/°C sterilization temperature	酰胺A amide A	酰胺B amide B	酰胺 I amide I	酰胺 II amide II	酰胺 III amide III
110	3 287.29	2 928.07	1 632.84	1 530.26	1 233.96
115	3 290.95	2 923.92	1 630.04	1 534.48	1 235.71
121	3 279.79	2 924.50	1 633.29	1 533.02	1 234.55
125	3 297.99	2 925.07	1 635.37	1 538.40	1 236.69

## 参考文献 (References):

- [1] 李玉玲, 范志强, 刘雯恩, 等. 鱼鳔胶原蛋白的研究进展[J]. 大连海洋大学学报, 2020, 35(1): 31-38.  
Li Y L, Fan Z Q, Liu W E, *et al.* Research progress on collagen from fish swim bladders: a review[J]. Journal of Dalian Ocean University, 2020, 35(1): 31-38 (in Chinese).
- [2] 段振华, 殷安齐, 贾巧利, 等. 海鱼鱼鳔资源利用研究[J]. 食品研究与开发, 2005, 26(3): 170-172.  
Duan Z H, Yin A Q, Jia Q L, *et al.* Utilization technology of marine fish swim bladder[J]. Food Research and Development, 2005, 26(3): 170-172 (in Chinese).
- [3] 朱凯悦, 孙娜, 董秀萍, 等. 鱼胶的研究进展[J]. 食品与发酵工业, 2021: 1-8.  
Zhu K Y, Sun N, Dong X P, *et al.* Research progress of isinglass[J]. Science and Technology of Cereals Oils and Foods, 2021: 1-8 (in Chinese).
- [4] 王亮, 周建伟, 邵澜媛, 等. 罐头食品热杀菌过程优化的研究进展[J]. 食品工业科技, 2013, 34(20): 377-380,385.  
Wang L, Zhou J W, Shao L Y, *et al.* Research progress in the optimization of thermal sterilization in canned food[J]. Science and Technology of Food Industry, 2013, 34(20): 377-380,385 (in Chinese).
- [5] 张迎东, 朱晓颖, 段蕊. 鲢鱼鱼糜罐头的工艺[J]. 食品工业, 2019, 40(12): 26-29.  
Zhang Y D, Zhu X Y, Duan R. The technology of canned kamaboko from silver carp[J]. The Food Industry, 2019, 40(12): 26-29 (in Chinese).
- [6] 姜启兴, 聂程芳, 高沛, 等. 斑点叉尾鲷鱼软罐头杀菌工艺研究[J]. 食品与生物技术学报, 2021, 40(3): 97-102.  
Jiang Q X, Nie C F, Gao P, *et al.* Study on sterilization technology of soft canned channel catfish[J]. Journal of Food Science and Biotechnology, 2021, 40(3): 97-102 (in Chinese).
- [7] 周斯仪, 屈义, 钟赛意, 等. 鱼鳔的功效因子及其开发利用研究进展[J]. 食品与机械, 2017, 33(11): 208-211.  
Zhou S Y, Qu Y, Zhong S Y, *et al.* Review of the functional factors and the exploiting utilization of swim bladder[J]. Food & Machinery, 2017, 33(11): 208-211 (in Chinese).
- [8] 王园园, 张靓, 周鹏. 太湖白鱼中胶原蛋白的提取及其理化性质分析[J]. 食品工业科技, 2017, 38(18): 45-49.  
Wang Y Y, Zhang L, Zhou P. Extraction and physicochemical properties of collagen from white fish of Taihu Lake (*Erythroculter ilishaeformis*)[J]. Science and Technology of Food Industry, 2017, 38(18): 45-49 (in Chinese).
- [9] 王林, 梁秋芳, 王振斌, 等. 深海红鱼胶原蛋白的超声波辅助提取及其理化特性[J]. 食品研究与开发, 2014, 35(9): 18-22.  
Wang L, Liang Q F, Wang Z B, *et al.* Ultrasonic-assisted extraction and physicochemical characteristics of collagen from deep-sea redfish[J]. Food Research and Development, 2014, 35(9): 18-22 (in Chinese).
- [10] 张亚飞, 逢欣雨, 叶张靖, 等. 胶原蛋白改性方法与应用[J]. 渔业研究, 2020, 42(2): 185-194.  
Zhang Y F, Pang X Y, Ye Z J, *et al.* Collagen modification method and application[J]. Journal of Fisheries Research, 2020, 42(2): 185-194 (in Chinese).
- [11] 高玲玲, 侯成立, 高远, 等. 胶原蛋白热稳定性研究进展[J]. 中国食品学报, 2018, 18(5): 195-207.  
Gao L L, Hou C L, Gao Y, *et al.* Research advances of thermal stability of collagen[J]. Journal of Chinese Institute of Food Science and Technology, 2018, 18(5): 195-207 (in Chinese).
- [12] Sreenath P G, Abhilash S, Ravishankar C N, *et al.* Heat penetration characteristics and quality changes of Indian mackerel (*Rastrelliger kanagartha*) canned in brine at different retort temperatures[J]. Journal of Food Process Engineering, 2009, 32(6): 893-915.
- [13] Riebroy S, Benjakul S, Visessanguan W. Properties and acceptability of Som-fug, a Thai fermented fish mince, inoculated with lactic acid bacteria starters[J]. LWT-Food Science and Technology, 2008, 41(4): 569-580.
- [14] Schmiele M, Mascarenhas M C C N, Da Silva Barretto A C, *et al.* Dietary fiber as fat substitute in emulsified and cooked meat model system[J]. LWT-Food Science and Technology, 2015, 61(1): 105-111.
- [15] 申京宇, 于海艳, 王艳红, 等. 真空低温加工对海参微生物安全性及胶原蛋白含量的影响[J]. 食品科技, 2016, 41(1): 48-52.  
Shen J Y, Yu H Y, Wang Y H, *et al.* Effect of sous vide cooking on the microbial safety and collagen content in sea cucumber[J]. Food Science and Technology, 2016, 41(1): 48-52 (in Chinese).
- [16] 杨碧仙, 曹宇, 范琴芳, 等. 大鲵皮胶原蛋白制备工艺优化及其抗氧化活性研究[J]. 食品工业科技, 2020, 41(5): 195-200.  
Yang B X, Cao Y, Fan Q F, *et al.* Study on optimization of extraction technology of the collagen from *Andrias davidianus* skin and its antioxidant activity[J]. Science and Technology of Food Industry, 2020, 41(5): 195-200 (in Chinese).

- (in Chinese).
- [17] Pal G K, Suresh P V. Physico-chemical characteristics and fibril-forming capacity of carp swim bladder collagens and exploration of their potential bioactive peptides by *in silico* approaches[J]. *International Journal of Biological Macromolecules*, 2017, 101: 304-313.
- [18] 张彪, 易宽, 张微, 等. 鲢鱼罐头热杀菌中水分迁移与品质变化[J]. 大连工业大学学报, 2021, 40(3): 164-170. Zhang B, Yi K, Zhang W, *et al.* The water migration and quality change in canned Spanish mackerel during thermal sterilization[J]. *Journal of Dalian Polytechnic University*, 2021, 40(3): 164-170 (in Chinese).
- [19] 谢安国, 王满生, 石晓微, 等. 牛肉加热过程中低场核磁弛豫信号与品质特征的动态分析[J]. 食品与机械, 2020, 36(7): 23-27, 71. Xie A G, Wang M S, Shi X W, *et al.* Dynamic analysis of LF-NMR relaxation signals and quality characteristics during heating beef[J]. *Food & Machinery*, 2020, 36(7): 23-27, 71 (in Chinese).
- [20] 贾哲, 陈晓婷, 蔡水淋, 等. 双斑东方鲀在冷藏保鲜过程中的水分迁移与品质变化[J]. 食品工业科技, 2021, 42(10): 287-294. Jia Z, Chen X T, Cai S L, *et al.* Water migration and quality changes of *Takifugu bimaculatus* during cold storage[J]. *Science and Technology of Food Industry*, 2021, 42(10): 287-294 (in Chinese).
- [21] 黄卉, 熊雅雯, 李来好, 等. 鱼肉热煮过程中质构保持技术研究进展[J]. 南方水产科学, 2021, 17(3): 122-128. Huang H, Xiong Y W, Li L H, *et al.* Research progress on texture preservation technology of fish meat during hot boiling[J]. *South China Fisheries Science*, 2021, 17(3): 122-128 (in Chinese).
- [22] 张路遥, 姜启兴, 许艳顺, 等. 变温杀菌工艺对鳙鱼软罐头品质的影响[J]. 食品科学, 2013, 34(20): 37-42. Zhang L Y, Jiang Q X, Xu Y S, *et al.* Effect of variable-temperature sterilization on the quality of canned big-head carp[J]. *Food Science*, 2013, 34(20): 37-42 (in Chinese).
- [23] 赵敏豪, 黎攀, 张豫粤, 等. 不同来源鱼鳔的营养成分比较分析[J]. 食品研究与开发, 2020, 41(24): 12-17. Zhao M H, Li P, Zhang Y Y, *et al.* Comparison of nutritional quality in fish maw products from different sources[J]. *Food Research and Development*, 2020, 41(24): 12-17 (in Chinese).
- [24] Chen X, Guo Z W, Zhang J, *et al.* A new method for determining the denaturation temperature of collagen[J]. *Food Chemistry*, 2021, 343: 128393.
- [25] Kumar P G, Nidheesh T, Govindaraju K, *et al.* Enzymatic extraction and characterisation of a thermo-stable collagen from swim bladder of rohu (*Labeo rohita*)[J]. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 2017, 97(5): 1451-1458.
- [26] Zhang X, Ookawa M, Tan Y K, *et al.* Biochemical characterisation and assessment of fibril-forming ability of collagens extracted from bester sturgeon *Huso huso*×*Acipenser ruthenus*[J]. *Food Chemistry*, 2014, 160: 305-312.
- [27] 毕姗姗. 煮制条件对卤鸡腿品质的影响 [D]. 郑州: 河南农业大学, 2014. Bi S S. Effects of cooking conditions on quality of chicken legs[D]. Zhengzhou: Henan Agricultural University, 2014 (in Chinese).
- [28] 谢美娟, 何向丽, 李可, 等. 卤煮时间对酱卤鸡腿品质的影响[J]. 食品工业科技, 2017, 38(21): 26-30. Xie M J, He X L, Li K, *et al.* Effect of cooking time on quality of sauce stewed chicken leg[J]. *Science and Technology of Food Industry*, 2017, 38(21): 26-30 (in Chinese).
- [29] Vidal A R, Duarte L P, Schmidt M M, *et al.* Extraction and characterization of collagen from sheep slaughter by-products[J]. *Waste Management*, 2020, 102: 838-846.
- [30] Bhuimbar M V, Bhagwat P K, Dandge P B. Extraction and characterization of acid soluble collagen from fish waste: development of collagen-chitosan blend as food packaging film[J]. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 2019, 7(2): 102983.
- [31] Noorzai S, Verbeek C J R, Lay M C, *et al.* Collagen extraction from various waste bovine hide sources[J]. *Waste and Biomass Valorization*, 2020, 11(11): 5687-5698.
- [32] 周瑞, 李若男, 周丽莎, 等. 暗纹东方鲀鱼皮胶原蛋白的提取及其特性[J]. 水产学报, 2020, 44(8): 1349-1359. Zhou R, Li R N, Zhou L S, *et al.* Extraction and characteristics of collagens from the skin of puffer fish (*Tetrodontiformes fasciatus*)[J]. *Journal of Fisheries of China*, 2020, 44(8): 1349-1359 (in Chinese).
- [33] 张洪超, 薛张芝, 丁源, 等. 不同解冻方式反复冻融对金乌贼蛋白质分子间作用力的影响[J]. 水产学报, 2019, 43(8): 1839-1849. Zhang H C, Xue Z Z, Ding Y, *et al.* Effects of different thawing ways and multiple freeze-thaw cycles on myofibrillar protein intermolecular force of *Sepia esculenta*[J]. *Journal of fisheries of China*, 2019, 43(8): 1839-1849 (in Chinese).



## Sterilization technology of ready-to-eat isinglass

YUAN Yi<sup>1,2</sup>, JIANG Qixing<sup>1,2\*</sup>, GAO Pei<sup>1,2</sup>, YANG Fang<sup>1,2</sup>,  
YU Dawei<sup>1,2</sup>, XU Yanshun<sup>1,2</sup>, XIA Wenshui<sup>1,2\*</sup>

(1. School of Food Science and Technology, Jiangnan University, Wuxi 214122, China;

2. Jiangsu Collaborative Innovation Center of Food Safety and Quality Control, Jiangnan University, Wuxi 214122, China)

**Abstract:** Isinglass is one of the traditional fish products in China, with unique flavor and taste. However, shortcomings such as soft taste and loss of nutrients after sterilization, limit its commercial development. In order to improve the heat sterilization process and reduce the deterioration of the quality of *Sciaenops ocellatus* isinglass after sterilization, the corresponding sterilization process at different sterilization temperature with  $F=4.5$  min was investigated. Through the analysis of physical property, low-field nuclear magnetic and infrared chromatography, the effects of different sterilization temperature on the texture, color, collagen content, water distribution and protein structure of isinglass were investigated. The results showed that the isinglass products needed to be sterilized for 56.44, 15.85, 3.46 and 0.92 min at 110, 115, 121 and 125 °C, respectively, to reach the  $F=4.5$  min, and corresponding products could reach the commercial sterile state. In the range of 110 to 125 °C, the brightness  $L^*$  value and  $b^*$  value decreased gradually from 59.78 to 49.65 and 17.80 to 11.25, while  $a^*$  value didn't change notably ( $P>0.05$ ), with the increase of the sterilization temperature. In addition, FTIR confirmed the triple helical structure of the collagens. The significant improvement of hardness and shear force of isinglass and the reduction of viscosity were also observed ( $P<0.05$ ). After being sterilized at 125 °C, hardness and shear force values were 37.02 g and 34.2 g·s, respectively, the viscosity was  $-2.82$  g. Meanwhile, the collagen content of the sample rose from 7.60% to 14.92% and the collagen concentration in the solution declined from 3.33 mg/mL to 0.15 mg/mL. After being sterilized at 110 °C, the degree of freedom of water in the isinglass was the highest, the proportion of free water in the isinglass gradually decreased with the increase of the sterilization temperature. Therefore, under the sterilization condition of higher temperature, the brightness of the isinglass was reduced, but the quality was improved with better texture and higher content of collagen. This study has important practical significance for promoting the processing and utilization of isinglass and improving the quality of sterilized ready-to-eat aquatic products.

**Key words:** *Sciaenops ocellatus*; isinglass; ready to eat; sterilization temperature; collagen; quality

**Corresponding authors:** JIANG Qixing. E-mail: qixingj@163.com;

XIA Wenshui. E-mail: xiaws@jiangnan.edu.cn

**Funding projects:** Jiangsu Agricultural Industry Technology System [JATS(2021)508]; National Technology System for Conventional Freshwater Fish Industries of China (CARS-45-27); Chinese National First-class Discipline Program of Food Science and Technology (JUFSTR20180201)