

即食调味鱼块加工栅栏因子优化

周剑忠,单成俊,李莹,王英,张丽霞,刘小莉
(江苏省农科院农产品加工研究所,江苏南京 210014)

摘要:为了获得即食调味鱼块温和加工条件,最大限度地延长产品货架期,采用 Plackett-Burman 设计和中心组合设计优化了即食调味鱼块加工栅栏因子,建立了科学的数学模型,获得最优栅栏因子组合为乳酸链球菌素 0.6g/kg,乳酸钠 1.0g/kg,山梨酸钾 0.6g/kg,白醋 0.8%,复合磷酸盐 8g/kg,复合香辛料 1%,微波功率 880W,微波作用时间 10min。
关键词:调味鱼块加工,栅栏因子,优化

Optimization of the hurdle factors for the processing of instant flavor fish

ZHOU Jian-zhong, SHAN Cheng-jun, LI Ying, WANG Ying, ZHANG Li-xia, LIU Xiao-li
(Institute Agro-product Processing, Jiangsu Academy of Agricultural Sciences, Nanjing 210014, China)

Abstract: To obtain the processing condition and prolong the shelf life, Plackett-Burman design and center composite design were used to optimize the hurdle factors for the instant flavour fish. Mathematical model was established, the best combination of the hurdle factors was nisin 0.6g/kg, sodium lactate 1.0g/kg, potassium sorbate 0.6g/kg, acetic acid 0.8%, compound phosphate 8g/kg, compound spices 1%, microwave power 880W, and microwave time 10min.

Key words: processing of instant flavor fish; hurdle factors; optimization

中图分类号: TS254.7

文献标识码: B

文章编号: 1002-0306(2010)04-0209-04

栅栏技术是提高产品货架期的综合保藏方法。其作用机制是利用存在于产品内部可以阻止残留腐败菌和病原菌生长繁殖的因子,以其复杂的交互作用来控制微生物的腐败、产毒或有益发酵,从而使产品达到其固有的可贮性。通常把这些起控制作用的因子,称作栅栏因子(Hurdle Factor)。它主要包括高温处理、低温冷藏或冻结、降低酸度、水分活度和添加防腐剂等几种:这些因子单独或相互作用,形成特有的防止食品腐败变质的“栅栏”(Hurdles),决定着食品中微生物稳定性。栅栏因子共同防腐作用的内在统一,称作栅栏技术^[1-2]。最常用的栅栏因子都是通过加工工艺或添加剂方式设置的。本研究运用关键因子筛选和中心组合设计,对新型即食中间水分调味鱼块生产中的栅栏因子进行优化,通过合理设置若干个强度和缓的栅栏因子,并将这些因子有机地组合起来,最大限度地延长产品的货架期,保证产品的品质。

1 材料与方法

1.1 实验材料

原料鱼(青鱼) 由常熟市佳峰食品有限责任公

司提供;白醋、香辛料等 购自苏果超市;乳酸链球菌素、乳酸钠、山梨酸钾、复合磷酸盐 购自南京食品添加剂商店;营养琼脂培养基 购自生化试剂商店;包装袋材料 PET/PE(聚酯/聚乙烯)复合材料,由常熟市佳峰食品有限责任公司提供。

1.2 工艺流程

原料处理→漂洗→脱腥→腌制→油炸→卤制→沥干→真空包装→微波杀菌

1.3 实验设计

首先选用 Plackett-Burman 析因设计对影响即食调味鱼块品质的重要因子进行筛选,获得产品品质的关键因子,然后进行中心组合设计(Central Composite Design, CCD)以拟合数据得到一个描述响应变量与自变量关系的二阶经验模型^[3-4]:

$$\gamma = b_0 + \sum b_i \chi_i + \sum b_{ij} \chi_i \chi_j + \sum b_{ii} \chi_i^2 \quad \text{式(1)}$$

式中: γ 为预测响应值(调味鱼块感官分值), b 为回归系数, χ_i 为自变量的编码水平,它与自变量真实值 χ_i 的关系为:

$$\chi_i = (\chi_i - \chi_{i0}) / \Delta \chi_i \quad \text{式(2)}$$

式中: χ_{i0} 为实验中心点处自变量的真实值; $\Delta \chi_i$ 为自变量变化步长。

用设计专家(Design-Expert 6.0.5)软件进行实验设计及统计分析。

1.4 细菌总数测定

按“GB/T 4789.2-2008 食品卫生微生物学检测

收稿日期:2009-06-08

作者简介:周剑忠(1965-),男,副研究员,博士,研究方向:微生物及生物技术。

基金项目:国家星火计划项目(2007EA690025)。

表2 Plackett-Burman 设计及其实验结果

实验号	乳链球菌素 (mg/kg)	乳酸钠 (g/kg)	山梨酸钾 (g/kg)	白醋 (%)	复合磷酸盐 (g/kg)	复合香辛料 (%)	微波功率 (W)	微波时间 (min)	感官分值	
									实测值	预测值
1	0.4	1	0.6	0.8	6	1	400	20	7.8	8
2	0.2	2	0.6	1.6	6	3	400	10	6.5	6.6
3	0.2	2	1.2	1.6	2	1	400	20	5.7	5.8
4	0.4	1	1.2	1.6	6	1	400	10	7.9	7.7
5	0.4	2	1.2	0.8	2	1	800	10	8.1	8.2
6	0.4	2	1.2	1.6	6	3	800	20	8.6	8.6
7	0.2	1	1.2	0.8	2	3	400	20	6.2	6.1
8	0.4	2	0.6	0.8	2	3	400	10	7.2	7.1
9	0.4	1	0.6	1.6	2	3	800	20	7.6	7.6
10	0.2	2	0.6	0.8	6	1	800	20	8.3	8.1
11	0.2	1	1.2	0.8	6	3	800	10	7.8	7.9
12	0.2	1	0.6	1.6	2	1	800	10	6.6	6.6

菌落总数测定”进行。

1.5 感官评定

采用九点标度法^[5], 指标体系及标度如表1。

表1 感官评价指标体系

项目与分值	
滋味	1 2 3 4 5 6 7 8 9
无	一般
色泽	1 2 3 4 5 6 7 8 9
差	一般
组织形态	1 2 3 4 5 6 7 8 9
差	一般
可接受程度	1 2 3 4 5 6 7 8 9
厌恶	既不厌恶也不喜欢 喜欢

2 结果与分析

2.1 调味鱼块生产过程关键栅栏因子筛选

实验设计及结果见表2。通过对实验数据逐步回归分析得到调味鱼块感官分值回归方程:

$$Y_{\text{感官分值}} = 7.358 - 0.508x_1 - 0.042x_2 - 0.025x_3 + 0.208x_4 - 0.458x_5 + 0.042x_6 - 0.475x_7 - 0.008x_8 \quad \text{式(3)}$$

其中: $x_1 = 10 \times (\text{乳链球菌素} - 0.3)$; $x_2 = (\text{乳酸钠} - 1.5) / 0.5$; $x_3 = (\text{山梨酸钾} - 0.9) / 0.3$; $x_4 = (\text{白醋} - 1.2) / 0.4$; $x_5 = (\text{复合磷酸盐} - 4) / 2$; $x_6 = \text{复合香辛料} - 2$; $x_7 = (\text{微波功率} - 600) / 200$; $x_8 = (\text{微波时间} - 15) / 5$ 。

该方程的方差分析(ANOVA)(表3)表明, 该模型在概率 $\alpha = 0.05$ 水平拟合了实验数据。由表4回归方程系数的显著性检验表明, 影响调味鱼块品质的因子中乳链球菌素、复合磷酸盐、微波功率是显著因素($P < 0.05$)。调味鱼块感官分值预测值及合意性的分析结果见图1。由图可知, 乳链球菌素、复合磷酸盐、微波功率对调味鱼块感官分值具有正效应, 且有显著的相关性。乳酸钠、山梨酸钾、白醋、复合香辛料、微波时间与调味鱼块感官分值的相关性不显著, 期望值的变化很小, 因而都取最小值, 即乳酸钠 1g/kg、山梨酸钾 0.6g/kg、白醋 0.8%、复合香辛料

1%、微波时间 10min。

表3 调味鱼块感官分值回归方程方差分析

变异源	自由度	平方和	均方	F 值	P 值
模型	8	8.90	1.11	13.39	0.03
误差	3	0.25	0.08		
总和	11	9.14			

$R^2 = 0.9727$ $R_{\text{Adj}}^2 = 0.9000$

表4 调味鱼块感官分值回归方程系数及其显著性检验

模型项	回归系数	标准误差	t 值	P 值
常数项	7.358	0.083	88.45	<0.0001
乳链球菌素	-0.508	0.083	-6.11	0.0088
乳酸钠	-0.041	0.083	-0.50	0.6509
山梨酸钾	-0.025	0.083	-0.30	0.7834
白醋	0.208	0.083	2.50	0.0874
复合磷酸盐	-0.458	0.083	-5.51	0.0118
复合香辛料	0.041	0.083	0.50	0.6509
微波功率	-0.458	0.083	-5.71	0.0107
微波时间	-0.008	0.083	-0.10	0.9265

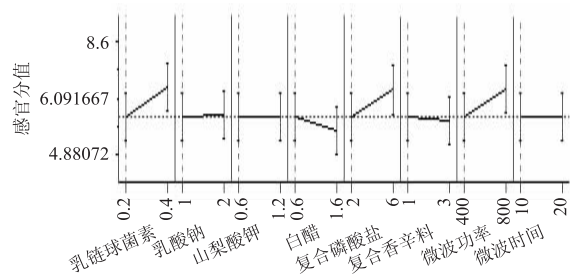


图1 调味鱼块感官分值最大预测值及合意性分析

2.2 最陡爬坡实验

由于乳酸钠、山梨酸钾、白醋、复合香辛料、微波时间对调味鱼块感官分值均无显著影响, 这些值都保持不变, 乳链球菌素、复合磷酸盐、微波功率对调味鱼块感官分值都是正效应, 变化方向向着数值增加的方向进行, 根据这3个因素回归方程系数的比例关系设定步长进行实验, 实验设计及实验结果如表5所示。从表5中可以清楚地看出, 处理4对应的调味鱼块感官分值(Y值)达到最大值8.6, 在随后的实验过程中细胞密度开始下降, 所以将处理4选作后续实验的中心点。

表5 最陡爬坡实验设计及实验结果

组别	乳链球菌素 (g/kg)	复合磷酸盐 (g/kg)	微波功率 (W)	感官分值
1	0.3	5	600	6.8
2	0.4	6	700	7.1
3	0.5	7	800	7.9
4	0.6	8	900	8.6
5	0.7	9	1000	8.2
6	0.8	10	1100	7.4

表7 调味鱼块感官分值二次多项模型方差分析表

变异源	自由度	平方和	均方	F值	P值
模型	9	5.27	0.59	54.33	<0.0001
失拟项	3	0.0043	0.016	2.26	0.2234
误差项	4	0.028	0.0007		
总和	16	5.35			

$R^2 = 0.9859$ $R^2_{Adj} = 0.9677$

2.3 关键栅栏因子的中心组合优化

从上述最陡爬坡实验可以看出, 响应变量 Y 值接近最大响应值区域, 以处理 4 为中心点进行中心组合实验, 实验设计和实验结果见表 6, 对实验数据进行二次多项式回归拟合, 得到调味鱼块感官分值的二次多项式方程为:

$$Y_{\text{感官分值}} = 8.62 + 0.062A - 0.013B - 0.15C - 0.63A^2 - 0.63B^2 - 0.46C^2 + 0.10AB + 0.17AC - 0.18BC \quad \text{式(4)}$$

式中: $A = (\text{乳链球菌素} - 0.6) / 0.2$; $B = \text{复合磷酸盐} - 9$; $C = (\text{微波功率} - 900) / 100$ 。

表6 味鱼块感官分值的中心组合设计及实验结果

实验号	乳链球菌素 (g/kg)	复合磷酸盐 (g/kg)	微波功率 (W)	感官分值	
				实测值	预测值
1	0.4	10	900	7.2	7.2
2	0.8	10	900	7.5	7.5
3	0.6	10	800	7.9	7.8
4	0.6	8	900	8.6	8.6
5	0.6	8	900	8.7	8.6
6	0.6	10	1000	7.1	7.2
7	0.4	8	800	7.7	7.8
8	0.8	8	800	7.5	7.6
9	0.8	6	900	7.3	7.3
10	0.4	6	900	7.4	7.4
11	0.6	8	900	8.7	8.6
12	0.6	6	1000	7.5	7.5
13	0.4	8	1000	7.2	7.1
14	0.6	8	900	8.5	8.6
15	0.6	6	800	7.6	7.5
16	0.8	8	1000	7.7	7.6
17	0.6	8	900	8.6	8.6

对此模型进行方差分析, 结果见表 7。从表 7 可以看出, 模型在 $\alpha = 0.01$ 水平上回归极显著 ($P < 0.001$), 模型的确定系数 $R^2 = 0.9859$, 表明模型能解释 98.59% 调味鱼块感官分值的变化, 失拟项不显著 ($P > 0.05$), 从另一角度说明该方程对数据进行了很好的拟合。通过模型方程式 (4) 作响应面见图 2, 通过该组动态图可评价实验因素对调味鱼块感官分值的两两交互作用及确定各因素的最佳水平范围。图 2 显示了乳链球菌素和复合磷酸盐的交互作用对调味鱼块感官分值的影响, 在复合磷酸盐处于较低水平时, 随着复合磷酸盐添加量的增加, 调味鱼块感官分值呈快速上升的趋势, 当大于 8.5g/kg 时, 随着复合磷酸盐的增加, 味鱼块感官分值反而呈下降趋势。

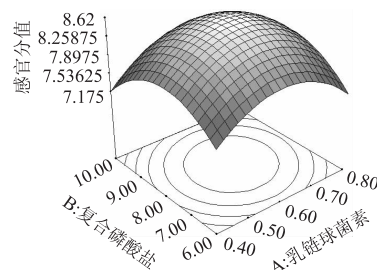


图2 乳链球菌素和复合磷酸盐交互影响调味鱼块感官分值的曲面图

2.4 优化组合

当乳链球菌素、复合磷酸盐、微波功率的取值范围分别设定在 0.4~0.6g/kg, 8~10g/kg, 800~1000W, 并将目标值即感官分值设定为最大值, 通过软件优化, 获得最优栅栏因子的组合为乳链球菌素 0.6g/kg, 乳酸钠 1.0g/kg, 山梨酸钾 0.6g/kg, 白醋 0.8%, 复合磷酸盐 8g/kg, 复合香辛料 1%, 微波功率 880W, 微波作用时间 10min。

按此条件制成真空包装的调味鱼块, 经过 6 个月储存, 其感官分值为 8.7, 与预测值相一致, 产品的细菌总数 8600cfu/g, 符合国家标准。

3 讨论

传统的单因子优化实验是通过保持其它因子水平不变, 而研究其中一个因子的变化规律, 这种方法当考察的因子较多时, 需要太多的实验和较长的实验周期, 而对于具有交互作用的多因子实验还可能导致不可靠的甚至是错误的结论^[6-7], 虽然全因子实验可以解决这一问题, 但实验次数呈指数增加, 费时费力^[8]。与全因子实验设计相比, Plackett-Burman 设计在不丢掉主要信息的前提下, 能大大减少实验次数, 能估计因子的主效应及部分交互作用, 能从众多变量中筛选出最为重要的因素。中心组合实验 (CCD) 是综合实验设计和数学建模, 通过局部实验回归拟合因素与结果间的全局函数关系, 从而得到准确有效的实验结论^[9]。能弥补以前水产加工条件优化方面的不足。因此, 近年来中心组合实验方法日益受到重视, 已得到广泛应用^[10]。

本文采用这种设计实验方案, 以调味鱼块感官分值为指标, 对即食调味鱼块加工栅栏因子乳链球菌素、复合磷酸盐、微波功率进行优化, 探讨水产品加工的新方法。实验表明这种设计可有效地应用于水产品加工过程中栅栏因子优化, 提高设计的准确性。

4 结论

4.1 本实验采用 Plackett-Burman 设计和中心组合设计优化了调味鱼块加工过程中各栅栏因子, 最优

(下转第 215 页)

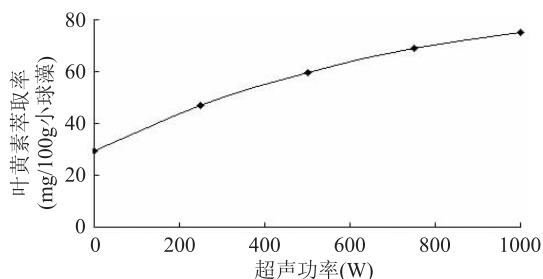


图7 超声功率与叶黄素萃取率的关系

临界 CO₂ 中的一样,应来源于机械效应和热效应。

超声作为一种含有能量的机械振动,在介质中传播时,其激烈而快速变化的机械效应能使媒质质点产生周期性紧缩,起到搅拌作用,同时由于萃取物分层介质声抗阻的不同会产生驻波,引起分子间相对运动产生摩擦,进而使媒质升温,溶质分子运动速度提高,产生热效应^[15],增强溶出。因此,超声能从整体上对提取过程产生强化作用。

3 结论

本研究以叶黄素萃取率为指标,采用单因素实验进行了超声强化亚临界 CO₂ 萃取小球藻中的叶黄素的研究,结果表明,夹带剂及超声的加入能显著提高叶黄素的萃取率,最佳工艺条件为:萃取温度 25℃,萃取压力 11MPa,分离釜 I 温度 30℃、压力 6.5MPa,分离釜 II 温度 25℃、压力 5MPa,流体流量 30kg/h,夹带剂用量为 1.5mL/g 的无水乙醇,萃取时间 3h,超声功率 750W,超声频率 20kHz,超声辐照方式 5s/5s,萃取率为 68.85mg/100g 小球藻。对超声效应的验证实验表明,亚临界 CO₂ 中无空化效应产生,超声的强化作用来源于超声的机械效应和热效应。

参考文献

[1] Schupp C, Olano-Martin E, Gerth C, et al. Lutein, zeaxanthin, macular pigment, and visual function in adult cystic fibrosis patients [J]. American Journal of Clinical Nutrition, 2004, 79: 1045-1052.
 [2] Chew B P, Wong M W, Wong T S. Effects of lutein from

marigold extract on immunity and growth of mammary tumors in mice [J]. Anticancer Research, 1996, 16: 3689-3694.

[3] 陈峰,姜悦. 微藻生物技术 [M]. 北京:中国轻工业出版社,1999.

[4] 王玉琪,陈开勋,姚瑞清,等. 超临界萃取法制备辣椒红色素 [J]. 化学工程, 2008, 36: 9-12.

[5] 孙健,张爱君,徐飞,等. 超临界 CO₂ 萃取甘薯中 β-胡萝卜素的研究 [J]. 江苏农业科学, 2008 (6): 247-248.

[6] 姜红,张坤生,任云霞. 超临界 CO₂ 法分离番茄中番茄红素的研究 [J]. 食品科学, 2007, 28 (9): 207-210.

[7] 马清香,徐响,高彦祥. 超临界 CO₂ 萃取万寿菊花中叶黄素的研究 [J]. 农业工程学报, 2007, 23 (8): 257-260.

[8] 罗登林,聂英,丘泰球. 高压密相流体中超声空化现象的研究 [J]. 声学技术, 2007, 26 (4): 651-654.

[9] 谭伟,丘泰球. 超声场对亚临界 CO₂ 萃取葵花籽油的影响 [J]. 四川大学学报, 2007, 9 (3): 72-77.

[10] Gao Yanxiang, Nagy Bence, Liu Xuan, et al. Supercritical CO₂ extraction of lutein esters from marigold (*Tagetes erecta* L.) enhanced by ultrasound [J]. Journal of Supercritical Fluids, 2009, 49 (3): 345-350.

[11] Balachandran S, Kentish S E, Mawson R, et al. Ultrasonic enhancement of the supercritical extraction from ginger [J]. Ultrasonics Sonochemistry, 2006, 13: 471-479.

[12] Wu Jianyong, Lin Lidong, Chau Footim. Ultrasonic-assisted extraction of ginseng saponins from ginseng roots and cultured ginseng cells [J]. Ultrasonics Sonochemistry, 2001 (8): 347-352.

[13] Tuma Dirk, Schneider Gerhard M. Determination of the solubilities of dyestuffs in near- and supercritical fluids by a static method up to 180MPa [J]. Fluid Phase Equilibria, 1999: 158-160, 743-757.

[14] Skerget M, Knez, Z, Habulin M. Solubility of β-carotene and oleic acid in dense CO₂ and data correlation by a density based model [J]. Fluid Phase Equilibria, 1995, 109, n1: 131-138.

[15] 丁彩梅,丘泰球,罗登林. 超声强化超临界流体萃取的数学模型及机理 [J]. 华南理工大学学报:自然科学版, 2005, 33 (4): 83-86.

(上接第 211 页)

组合为乳链球菌素 0.6g/kg, 乳酸钠 1.0g/kg, 山梨酸钾 0.6g/kg, 白醋 0.8%, 复合磷酸盐 8g/kg, 复合香料 1%, 微波功率 880W, 微波作用时间 10min。

4.2 实验证明, Plackett-Burman 设计和中心组合设计相结合的实验统计方法能快速、有效地从众多栅栏因子中筛选出比较重要的因子并实现栅栏因子的优化。

参考文献

[1] 赵志峰,雷鸣,卢晓黎,等. 栅栏技术及其在食品加工中的应用 [J]. 食品工业科技, 2002, 23 (8): 93-95.
 [2] 赵友兴,郁志芳,李宁. 栅栏技术在鲜切果蔬质量控制中的应用 [J]. 食品科技, 2000 (5): 20-22.
 [3] 汪仁官,陈荣昭译. 实验设计 [M]. 中国统计出版社, 1998.
 [4] 洪南,侯军. SAS for Windows (V8) 统计分析系统教程新编 [M]. 清华大学出版社, 2004.

[5] Lawless H T 著. 食品感官评价原理与技术 [M]. 王栋,李崎等译. 北京:中国轻工业出版社, 2001.

[6] Oh S, Rheem S, Sim J. Optimizing conditions for the growth of Lactobacillus casei YIT9018 in tryptone-glucose medium by using response surface methodology [J]. Appl Environ Microbiol, 1995, 61: 3809-3814.

[7] 何楨,潘越,刘子先,等. 因子试验、RSM 与田口方法的比较 [J]. 机械设计, 1999 (10): 1-4.

[8] DeMeo M, Laget M, Phan - Tan - Luu R. Application of experimental design for optimization of medium and culture conditions fermentation [J]. Biosci, 1985, 4: 99-102.

[9] Montgomery D C. Design and Analysis of Experiment (3rd.ed) [M]. New York: John Wiley & Sons, 1991.

[10] Li C, Bai J, Cai Z. Optimization of a cultural medium for bacteriocin production by Lactococcus lactics using response surface methodology [J]. J Biotechnol, 2002, 93: 27-34.