

# 基于核磁法构建纯菌发酵牛肉干 烘干过程评价方法

程健博, 丁健, 常虹, 李婷婷, 张红蕾, 王芮, 池天奇, 张根生\*

(哈尔滨商业大学 黑龙江省普通高等学校食品科学与工程重点实验室 黑龙江哈尔滨 150076)

**摘要:** 为分析纯菌发酵牛肉干烘干过程低频核磁共振(L-NMR)指标与理化、感官指标的相关性,并利用测定的核磁指标建立理化、感官品质的评价方法,该研究采集烘干过程0~240 min,共计9个时间段12项指标。结果表明:该线性回归模型中以低场核磁共振 $T_{21}$ 峰面积作为自变量,以理化、感官指标作为因变量, $A_w$ 、 $a^*$ 值、 $b^*$ 值、 $L^*$ 值、硬度、咀嚼性、感官总体可受性的预测方程显著性 $p$ 值小于0.01,方程决定系数 $R^2$ 分别为0.925、0.785、0.829、0.770、0.917、0.931、0.810,具有较高统计学意义。利用L-NMR技术可对纯菌种发酵牛肉干烘干过程各项理化、感官指标进行有效监控及预测。

**关键词:** 纯菌发酵牛肉干,低场核磁共振,评价方法

## Construction of fermented beef jerky drying process evaluation system based on L-NMR technology

CHENG Jian-bo, DING Jian, CHANG Hong, LI Ting-ting, ZHANG Hong-lei,  
WHANG Rui, CHI Tian-qi, ZHANG Gen-sheng\*

(Key Laboratory for Food Science and Engineering of Heilongjiang Province,  
Harbin University of Commerce, Harbin 150076, China)

**Abstract:** The aim of this study was to analyze the fermented beef jerky drying process and low-frequency magnetic resonance (L-NMR) associated with the physical and chemical indicators, sensory index, and using nuclear magnetic parameters were measured to establish the physical and chemical, sensory quality evaluation system. The study collected the drying process 0 to 240 min a total of nine periods 12 indicators. The results showed that the  $T_{21}$  peak area was independent variables and chemical, sensory index was the dependent variable in the linear regression model.  $A_w$ ,  $a^*$  value,  $b^*$  values,  $L^*$  value, hardness, chewiness, sensory receptivity of the overall prediction equation ( $p < 0.01$ ), with a high statistical significance. The equation coefficient of determination ( $R^2$ ) was 0.925, 0.785, 0.829, 0.770, 0.917, 0.931 and 0.810. The L-NMR technique could be used to monitor and predict the physicochemical and sensory indexes of the dried process of pure broth fermented beef jerky.

**Key words:** fermented beef jerky; L-NMR; evaluation system

中图分类号: TS251.1

文献标识码: A

文章编号: 1002-0306(2017)05-0319-06

doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2017.05.052

纯菌发酵牛肉干营养丰富、富含大量益生菌。纯菌发酵工艺可避免生肉在自然条件下发酵时易染杂菌,受环境条件干扰,难以标准化生产等问题,使产品的感官风味得到进一步提升<sup>[1-3]</sup>。由于牛肉干烘干过程工艺冗杂且不易控制,因而建立一种品质的快速评价方法已成为工业化生产中亟待解决的问题<sup>[4]</sup>。

低频核磁共振(L-NMR)作为一种新型技术具有快速、无损、测定精确等特点<sup>[5]</sup>,且由于国产设备价格低廉,已被广泛应用于生鲜肉品质控制<sup>[6]</sup>、粮油食品检测<sup>[7]</sup>、煎炸油品质监测<sup>[8]</sup>等诸多领域。其测定指

标主要为弛豫时间,通过对纵向弛豫时间 $T_1$ 、横向弛豫时间 $T_2$ 和自扩散系数的测量,反映出质子( $^1\text{H}$ )的运动性质<sup>[9]</sup>。在肉制品科学研究中,弛豫时间多由 $T_2$ 来表征。目前L-NMR在肉品科学研究中的应用主要集中在肉和肉制品中水分含量和保水性,肌原纤维蛋白凝胶性和变性,脂肪和质构特性测定等方面。Bertram<sup>[10]</sup>已经证明,通过弛豫时间 $T_2$ 测定肌肉组织持水性,与滴水损失法测定结果之间的相关系数为0.85,与分步离心法结果相比,具有较高的相关性。Christensen<sup>[11]</sup>将差热分析法(DSC)与L-NMR结合进行实验,发现利用L-NMR的弛豫时间 $T_2$ 可以

收稿日期: 2016-09-06

作者简介: 程健博(1991-),男,硕士研究生,研究方向:食品科学, E-mail: foodcheng@163.com。

\* 通讯作者: 张根生(1964-),男,硕士,教授,研究方向:畜产品加工, E-mail: zhanggsh@163.com

基金项目: 哈尔滨商业大学研究生创新项目(YJSCX2015-393HSD);黑龙江省重大项目(GA15B302)。

对猪肉肌原纤维蛋白变性情况进行有效的测定。Adam<sup>[12]</sup>等研究发现利用弛豫时间  $T_1$  可以衡量结晶态脂肪含量。Hanne C.B 等<sup>[13]</sup>利用 L-NMR 并辅助以共聚焦激光扫描显微镜技术 (CLSM), 研究了鲜肉和煮制肉中的水分分布情况。现有的研究主要在利用 L-NMR 技术对肉制品单一特性进行研究, 但是基于该技术与理化指标及感官指标建立综合评价方法的研究还未见报道。

本研究基于 L-NMR 数据与理化指标及感官指标建立相关性, 构建纯菌种发酵牛肉干烘干过程快速评价方法, 为该项技术在肉制品工业化生产的应用奠定基础。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与设备

牛后腿精肉 黑龙江宾西牛业有限公司; 葱、姜、肉桂、肉蔻、大茴、小茴香、花椒、丁香、食盐、白砂糖、白酒、味精、姜粉 市售; 牛肉膏 上海盛思生化科技有限责任公司; 酵母膏、蛋白胨、琼脂 杭州微生物试剂有限公司; 葡萄糖 天津市新精细化工开发中心。

NM-120 型核磁共振分析仪 上海纽迈电子科技有限公司; CS-800 分光系列色差仪 杭州彩谱科技有限公司; TA-XT2i 质构仪 英国 Stable Micro system 公司; HD-3A 水分活度测量仪 上海精密仪器仪表有限公司; ALC-2100.2 型电子天平 赛多利斯科学仪器(北京)有限公司; HPG-280B 恒温培养箱、SW-CJ-18 标准净化工作台 哈尔滨东联电子技术开发有限公司; 加压蒸汽灭菌锅 上海申盛生物仪器有限公司。

### 1.2 实验方法

1.2.1 纯菌发酵牛肉干制备工艺 选择新鲜牛后腿精肉, 顺肌纤维方向切成大小为  $1.5\text{ cm} \times 1.5\text{ cm} \times 2.5\text{ cm}$  牛肉块, 用清水冲洗至无血水渗出为止, 在锅中加入牛肉块、水、葱、姜、酱油、白酒、混合香辛料煮 30 min, 高温熟化后的肉直接放入超净工作台内(紫外灯开启)冷却至  $30\text{ }^\circ\text{C}$  备用<sup>[14]</sup>。将活化好的嗜酸乳杆菌和植物乳杆菌按物料总重 4%、8% 分别接种于纯菌发酵牛肉干无菌培养瓶内, 棉塞密封, 在  $37\text{ }^\circ\text{C}$  下培养 24 h, 将发酵好的肉块摆放在带网眼烤盘中放入恒温干燥箱, 温度为  $60\text{ }^\circ\text{C}$ , 分别烘干 0、30、60、90、120、150、180、210、240 min, 进行各项指标的检测与评价<sup>[15]</sup>。

1.2.2 取样方法 纯菌发酵牛肉干完成前期制备工艺后, 平行取样 50 组, 分别烘干 0、30、60、90、120、150、180、210、240 min, 分别对牛肉干烘干过程低场核磁共振指标与感官评分、理化指标进行测定。

#### 1.2.3 检验方法

1.2.3.1 低场核磁共振指标测定 硬脉冲 CPMG 序列各项参数:  $P_1 = 14$ ,  $P_2 = 28$ ,  $TW = 4000$ ,  $DRG = 3$ ,  $SW = 200$ ,  $DFW = 30$ ,  $SF1 = 18$ ,  $O_1 = 430811.1$ ,  $RG_1 = 20$ ,  $NS = 4$ 。

1.2.3.2 质构的测定 测量模式: TPA, 测前速度:  $2.0\text{ mm/s}$ , 测中速度:  $1.0\text{ mm/s}$ , 测后速度:  $2.0\text{ mm/s}$ , 两次下压间隔时间:  $5.0\text{ s}$ , 负重:  $10\text{ g}$ , 探头类型: P/5,

数据收集率:  $250\text{ pps/s}$ , 环境温度:  $25\text{ }^\circ\text{C}$ 。

1.2.3.3 色差仪的测定 波长范围:  $400\sim 700\text{ nm}$ , 波长间隔:  $10\text{ nm}$ , 分辨率:  $0.01\%$ , 测量间隔  $1\text{ s}$ , 测量时间:  $1\text{ s}$ , 测量口径:  $11\text{ mm}$ 。

1.2.3.4 水分活度的测定 按照 GB/T 23490 水分活度仪扩散法(2009)测定<sup>[16]</sup>。

1.2.3.5 乳酸含量的测定 取样, 绞碎, 取  $10\text{ g}$  加入  $100\text{ mL}$  容量瓶定容, 吸取  $5\text{ mL}$  样液, 加入  $50\text{ mL}$  蒸馏水, 加入 2~3 滴酚酞指示剂, 用  $0.1\text{ mol/L}$  NaOH 标准溶液滴定至微红色, 以  $30\text{ s}$  不褪色为终点, 记下 NaOH 标准溶液的消耗量 (A), 计算出酸度。折算成乳酸含量以 % 计。

$$P(\%) = \frac{0.1 \times A \times 0.09}{5} \times 100$$

式中:  $P$ —乳酸含量, %;  $A$ —NaOH 消耗量, mL;  $0.09$ —换算系数;  $5$ —样液取样量, mL。

1.2.3.6 乳酸菌数的测定 按照 GB 4789.35 食品微生物学检验 乳酸菌检验(2010)测定<sup>[17]</sup>。

1.2.3.7 感官评定 按照 GB/T16861 感官分析 通过多元分析方法鉴定和选择用于建立感官剖面的描述词(1997)测定<sup>[18]</sup>。感官评价小组共 110 位食品专业学生对牛肉干不同烘干时期进行总体可受性的评定, 本次评定采用 9 分标度法(1: 极不喜欢, 2: 非常不喜欢, 3: 很不喜欢, 4: 比较不喜欢, 5: 一般, 6: 比较喜欢, 7: 很喜欢, 8: 非常喜欢, 9: 极喜欢)。

1.2.4 评价方法的构建 采用 SPSS17.0 统计分析软件对实验数据进行统计分析, 对 L-NMR 指标与感官评分、理化测定结果进行方差分析; 计算皮尔逊(Pearson)相关系数; 然后计算出低场核磁共振指标与感官评分、理化测定结果之间线性相关性方程, 通过决定性系数  $R^2$  来确定回归方程的相关显著性和实用性。其中, 预测方程的因变量分别为硬度、咀嚼性、感官总体可受性、色差 ( $a^*$  值、 $b^*$  值、 $L^*$  值)、水分活度 ( $A_w$ )、乳酸含量、乳酸菌数, 自变量分别为  $T_{21}$  峰面积(横向弛豫时间  $0\sim 10\text{ ms}$ )、 $T_{22}$  峰面积(横向弛豫时间  $10\sim 100\text{ ms}$ )、 $T_{23}$  峰面积(横向弛豫时间  $100\sim 1000\text{ ms}$ )。

## 2 结果与讨论

### 2.1 牛肉干烘干过程测定结果

纯菌种发酵牛肉干烘干过程低场核磁共振指标与感官评分、理化测定结果见表 1, 各项指标标准偏差较小, 均在合理范围内, 统计结果良好。烘干过程低场核磁图谱见图 1, 横向弛豫时间 ( $T_2$ ) 分别对应有结合水、不易流动水和自由水三种形态水。其中  $T_{21}$  ( $0\sim 10\text{ ms}$ ) 表示蛋白质分子表面的极性基团与水分子紧密结合的水分子层,  $T_{22}$  ( $10\sim 100\text{ ms}$ ) 表示存在于肌纤维、肌原纤维及膜之间的不易流动水,  $T_{23}$  ( $100\sim 1000\text{ ms}$ ) 表示存在于细胞外的间隙中能自由流动的水<sup>[19]</sup>。横向弛豫时间可以表明水分的自由度<sup>[20]</sup>。弛豫时间越小水分越不易流动, 弛豫时间越大流动性越高, 峰面积越小水分含量越少, 峰面积越大水分含量越大。由图 1 可看出  $T_{21}$  峰面积、 $T_{22}$  峰面积变化显著, 但由于牛肉干中自由水含量极少, 本研究不再对  $T_{23}$  进行详细阐述。

表1 牛肉干烘干过程测定结果

Table 1 The measurement results of beef jerky drying process

指标	0 min	30 min	60 min	90 min	120 min	150 min	180 min	210 min	240 min	
$L^*$	57.44 ± 0.26	52.31 ± 0.17	48.08 ± 0.10	44.74 ± 0.34	33.65 ± 0.83	27.57 ± 0.80	25.35 ± 0.78	25.15 ± 0.22	24.24 ± 0.17	
$a^*$	3.74 ± 0.36	3.54 ± 0.05	3.52 ± 0.22	3.40 ± 0.23	3.11 ± 0.03	3.07 ± 0.07	2.79 ± 0.07	2.75 ± 0.04	2.73 ± 0.13	
$b^*$	14.39 ± 0.21	13.95 ± 0.16	11.50 ± 0.20	10.01 ± 0.11	8.74 ± 0.19	4.63 ± 0.17	3.86 ± 0.12	2.93 ± 0.27	2.86 ± 0.13	
Aw	0.838 ± 0.01	0.769 ± 0.02	0.704 ± 0.01	0.635 ± 0.01	0.567 ± 0.01	0.497 ± 0.01	0.432 ± 0.01	0.364 ± 0.02	0.295 ± 0.01	
理化指标	乳酸含量(%)	0.98 ± 0.04	0.94 ± 0.03	0.90 ± 0.02	0.96 ± 0.03	0.92 ± 0.04	0.94 ± 0.04	0.96 ± 0.03	0.97 ± 0.03	0.96 ± 0.02
	乳酸菌数(g/cfu)	(6.7 ± 0.12) × 10 <sup>4</sup>	(4.3 ± 0.15) × 10 <sup>3</sup>	(8.1 ± 0.15) × 10 <sup>2</sup>	(4.6 ± 0.15) × 10 <sup>2</sup>	(3.7 ± 0.25) × 10 <sup>2</sup>	(3.8 ± 0.15) × 10 <sup>2</sup>	(4.2 ± 0.15) × 10 <sup>2</sup>	(2.8 ± 0.15) × 10 <sup>2</sup>	(3.6 ± 0.20) × 10 <sup>2</sup>
	硬度	267.92 ± 3.54	668.52 ± 5.93	1079.04 ± 18.36	1429.14 ± 6.64	1989.34 ± 34.27	2659.59 ± 12.55	3654.97 ± 3.20	3769.94 ± 34.94	4091.05 ± 34.26
	咀嚼性	109.21 ± 4.82	470.59 ± 17.14	681.55 ± 7.83	1041.66 ± 6.17	1560.89 ± 18.44	1921.03 ± 12.33	2321.29 ± 30.05	2701.88 ± 20.31	3112.57 ± 25.48
感官指标	感官总体可受性	3.88 ± 0.37	5.57 ± 0.04	4.91 ± 0.22	5.48 ± 0.16	3.96 ± 0.32	6.43 ± 0. = 18	6.95 ± 0.18	8.33 ± 0.10	8.51 ± 0.14
核磁共振指标	T <sub>21</sub> 峰面积	254.68 ± 2.58	249.01 ± 0.39	245.23 ± 1.35	246.97 ± 0.98	243.99 ± 1.05	239.68 ± 0.65	232.23 ± 1.31	227.88 ± 0.96	219.34 ± 0.95
	T <sub>22</sub> 峰面积	3919.24 ± 2.44	3447.11 ± 1.56	3004.42 ± 2.18	2539.19 ± 1.58	2127.10 ± 1.65	1676.81 ± 1.74	1266.42 ± 2.13	821.06 ± 1.69	378.46 ± 2.33
	T <sub>23</sub> 峰面积	79.24 ± 3.37	47.16 ± 1.53	24.42 ± 2.18	19.19 ± 0.59	17.17 ± 0.11	16.81 ± 0.35	16.42 ± 0.20	15.06 ± 0.26	15.46 ± 0.40

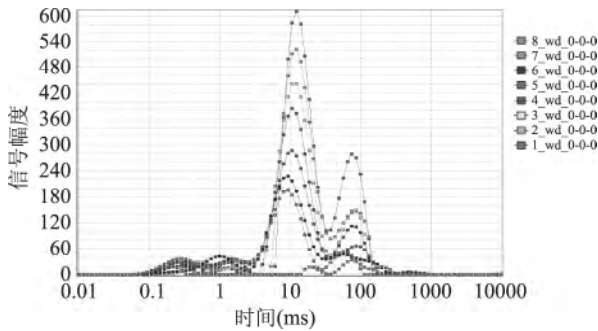


图1 烘干过程低场核磁图谱

Fig.1 The ion flow of 6 days control group

## 2.2 烘干过程理化指标相关性分析

如表2所示,在烘干过程理化指标皮尔逊相关性分析中,色差值与Aw、质构指标相互之间均呈极显著相关( $p < 0.01$ ),其中硬度与咀嚼性、Aw的相关性最强,相关系数为0.991。其次色差值、硬度、咀嚼性之间的相关性系数均达到0.95水平且呈现明显负相关性,这说明在湿度梯度的动力作用下水分逐渐丧失,肉中干物质比例增加,氧合肌红蛋白不断被氧化成褐色的氧化肌红蛋白,肉干亮度、红度、黄度明显降低。同时肉质表面收缩及封闭现象逐步形成,咀嚼性、硬度明显增强。刘亚娜等<sup>[21]</sup>对甘南牦牛及青海牦牛肉质指标相关性分析时,同样得出 $a^*$ 值、 $b^*$ 值与咀嚼性具有显著负相关性( $p < 0.01$ )的结论。

相关性分析中,乳酸菌数与色差值、Aw、硬度、咀嚼性呈显著相关( $p < 0.05$ ),乳酸含量与各项理化指

标均无相关性,这由于温度对于乳酸菌株生长及产酸影响较大,当温度继续升高,菌株的生长及产酸能力受到极大的抑制,发酵温度超过30℃时,大量处于对数增长期的菌株死亡,不再产生乳酸,极少数菌株进入休眠状态,这与黄丹等<sup>[22]</sup>对传统发酵肉中乳酸菌特性的研究结论相同。

## 2.3 L-NMR 指标相关性分析

牛肉干烘干过程L-NMR指标相关性分析如表3,T<sub>21</sub>峰面积与T<sub>22</sub>峰面积呈极显著相关( $p < 0.01$ ),皮尔逊相关系数为0.959,T<sub>22</sub>峰面积与T<sub>23</sub>峰面积呈显著相关( $p < 0.01$ ),皮尔逊相关系数为0.784。这是由于在乳酸菌发酵代谢作用下,蛋白质分子表面的极性基团键能减弱,水分子紧密结合的水分子层脱离,随着烘干过程的推进,这部分水分T<sub>21</sub>(0~10ms)逐步丧失。而自由水T<sub>23</sub>(100~1000ms)及存在于肌纤维、肌原纤维及膜之间的不易流动水T<sub>22</sub>(10~100ms)相对于结合水更容易流失,与结合水变化趋势一致。朱晓红等<sup>[23]</sup>通过低场核磁共振测定,发现加热处理改变了酱牛肉中的水分特性,使水分变得活跃,自由水增加,水分内部迁移效果明显,与本研究结果相符。

## 2.4 肉质指标间相关性分析

L-NMR指标与理化、感官指标相关性分析结果如表4,T<sub>21</sub>峰面积、T<sub>22</sub>峰面积与Aw的皮尔逊相关系数分别为0.962、1.000,呈极显著相关( $p < 0.01$ )。水分活度可充分表征水分的游离程度,水分活度值越低,结合程度越高,游离水含量越低,利用水分活度的测试,控制微生物的生长,计算牛肉干的保质期具

表2 烘干过程理化指标相关性分析

Table 2 Correlation analysis of physiochemical traits of drying process

项目	$L^*$	$a^*$	$b^*$	Aw	乳酸含量(%)	乳酸菌数(g/cfu)	硬度	咀嚼性
$L^*$	1							
$a^*$	0.948**	1						
$b^*$	0.981**	0.949**	1					
Aw	0.967**	0.966**	0.979**	1				
乳酸含量(%)	-0.107	-0.242	-0.215	-0.195	1			
乳酸菌数(g/cfu)	0.709*	0.741*	0.668*	0.690*	-0.361	1		
硬度	-0.965**	-0.959**	-0.982**	-0.991**	0.248	-0.676*	1	
咀嚼性	-0.965**	-0.959**	-0.975**	-0.998**	0.227	-0.711*	0.991**	1

注:\*\*在0.01水平(双侧)上极显著相关,\*在0.05水平(双侧)上显著相关,表3、表4同。

表3 L-NMR 指标相关性分析  
Table 3 Correlation analysis of L-NMR data of drying process

项目	T <sub>21</sub> 峰面积	T <sub>22</sub> 峰面积	T <sub>23</sub> 峰面积
T <sub>21</sub> 峰面积	1		
T <sub>22</sub> 峰面积	0.959**	1	
T <sub>23</sub> 峰面积	0.666	0.784*	1

有重要意义<sup>[24]</sup>。T<sub>21</sub>峰面积、T<sub>22</sub>峰面积与色差(*a*<sup>\*</sup>值、*b*<sup>\*</sup>值、*L*<sup>\*</sup>值)的相关系数最高为0.978,最低为0.877呈极显著正相关( $p < 0.01$ )。肉色是肌肉外观评定的重要指标,它主要受肌肉中的色素(肌红蛋白和血红蛋白)含量及其存在状态决定的,同时受光反射和氧化作用的影响。肉颜色的变化主要是由于肉中高铁肌红蛋白的含量以及变化而引起<sup>[25]</sup>。吴娜等<sup>[226]</sup>研究广式腊肠烘干过程时发现,发色主要集中在烘烤的前期和后期,随着水分的较少颜色产生明显变化。T<sub>21</sub>峰面积、T<sub>22</sub>峰面积与质构指标(硬度、咀嚼性)的相关系数最高为-0.988,最低为-0.958呈极显著负相关( $p < 0.01$ )。T<sub>23</sub>峰面积与质构指标(硬度、咀嚼性)的相关系数分别为-0.729、-0.740呈显著负相关( $p < 0.05$ )。伴随紧密结合的水分子层脱离及肌纤维、肌原纤维及膜之间的不易流动水、表层自由水挥发,硬度和咀嚼性呈增长趋势。

T<sub>21</sub>峰面积、T<sub>22</sub>峰面积与感官总体可受性的相关系数分别为0.900、0.838呈极显著负相关( $p < 0.01$ )。整个烘干过程中,在150 min之前,水分仍处于迁移状态,产品感官变化较小,评定小组不能发现其细微的差别,导致相对于其他指标相关系数略有减小<sup>[27]</sup>。T<sub>21</sub>峰面积、T<sub>22</sub>峰面积与乳酸菌数的相关系数分别为0.584、0.694呈显著正相关( $p < 0.05$ )。T<sub>21</sub>峰面积、T<sub>22</sub>峰面积、T<sub>23</sub>峰面积与乳酸含量的相关系数分别为-0.212、-0.191、-0.310,无相关性。在烘干初期,乳酸菌大量死亡,乳酸产量快速降低并维持在恒定含量,不随水分的变化而变化。在快速评价方法中,乳酸产量不再作为预测指标。

## 2.5 L-NMR 指标间多重共线性诊断

通过L-NMR指标间的相关性分析发现T<sub>21</sub>峰面积与T<sub>22</sub>峰面积相关系数为0.959,T<sub>22</sub>峰面积与T<sub>23</sub>峰

面积相关系数为0.784,各个指标间相关程度较高,L-NMR指标间存在较强的相关关系,说明各变量之间可能存在多重共线性。由于T<sub>21</sub>峰面积、T<sub>22</sub>峰面积、T<sub>23</sub>峰面积作为快速评价方法中的回归分析的自变量,自变量间如果存在较高的多重共线性就会造成模型的预测功能失效、变量的显著性检验失去意义,回归分析的基本前提丧失等问题,因此在进行回归分析之前必须进行多重共线性诊断<sup>[28]</sup>。

通过尝试性的回归分析计算出各自变量的方差膨胀因子(VIF)见表5,T<sub>21</sub>峰面积、T<sub>22</sub>峰面积、T<sub>23</sub>峰面积的VIF值分别为16.262、23.428、3.383。当VIF值大于10时表示有共线性发生,可见L-NMR指标之间存在共线性,不能直接进行回归分析,需先进行主成分分析后,再建立回归方程<sup>[29]</sup>。

表5 L-NMR 指标方差膨胀因子统计表  
Table 5 L-NMR index variance inflation factor tables

模型	共线性统计量	
	容差	VIF
T <sub>21</sub> 峰面积	0.061	16.262
T <sub>22</sub> 峰面积	0.043	23.428
T <sub>23</sub> 峰面积	0.296	3.383

## 2.6 烘干过程快速评价方法的构建

KMO和Bartlett球形度检验结果显示:KMO值为0.554,显著性0.0001;T<sub>21</sub>峰面积、T<sub>22</sub>峰面积、T<sub>23</sub>峰面积公因子方差分别为0.891、0.967、0.754,信息损失率较小,数值提取效果良好,满足因子分析条件<sup>[30]</sup>。主成分分析解释的总方差见表6,主成分累计方差贡献率为87.072%大于85%,所以T<sub>21</sub>峰面积将作为唯一的主成分因子。

构建快速评价方法时,以牛肉干烘干过程L-NMR指标中的T<sub>21</sub>峰面积作为自变量,理化、感官指标作为因变量,进行线性回归分析,变量进入显著水平均为0.01,回归分析结果如表7。硬度、咀嚼性、感官总体可受性、*a*<sup>\*</sup>值、*b*<sup>\*</sup>值、*L*<sup>\*</sup>值、水分活度(*A<sub>w</sub>*)得到最优回归模型,经显著性检验均具有统计学意义( $p < 0.01$ )。其中*a*<sup>\*</sup>值方程的决定系数*R*<sup>2</sup>为0.785、*b*<sup>\*</sup>值方程的决定系数*R*<sup>2</sup>为0.829、*L*<sup>\*</sup>值方程的

表4 L-NMR 与理化、感官指标之间的皮尔逊相关系数

Table 4 Pearson correlation coefficients between L-NMR data and physiochemical traits and sensory attributes

项目	<i>L</i> <sup>*</sup>	<i>a</i> <sup>*</sup>	<i>b</i> <sup>*</sup>	<i>A<sub>w</sub></i>	乳酸含量 (%)	乳酸菌数 (g/cfu)	硬度	咀嚼性	感官总体可受性
T <sub>21</sub> 峰面积	0.877**	0.887**	0.911**	0.962**	-0.212	0.584	-0.958**	-0.965**	-0.900**
T <sub>22</sub> 峰面积	0.967**	0.969**	0.978**	1.000**	-0.191	0.694*	-0.988**	-0.977**	-0.838**
T <sub>23</sub> 峰面积	0.802**	0.814**	0.764*	0.776*	-0.310	0.508	-0.729*	-0.740*	-0.537*

表6 解释的总方差表

Table 6 The total variance explained tables

成分	初始特征值			提取平方和载入		
	合计	方差的(%)	累计(%)	合计	方差的(%)	累计(%)
T <sub>21</sub> 峰面积	2.612	87.072	87.072	2.612	87.072	87.072
T <sub>22</sub> 峰面积	0.363	12.093	99.165			
T <sub>23</sub> 峰面积	0.025	0.835	100.000			

表7 纯菌发酵牛肉干烘干过程快速评价方法

Table 7 The rapid evaluation system of fermented beef jerky drying process

指标	评价方程	决定系数 $R^2$	显著性 sig.
$L^*$	$L^* = 204.591 - 1.01T_{21}$	0.770	0.002
$a^*$	$a^* = -3.874 - 0.029T_{21}$	0.785	0.001
$b^*$	$b^* = -81.904 - 0.375T_{21}$	0.829	0.001
Aw	$Aw = -3.224 + 0.016T_{21}$	0.925	0.0001
乳酸菌数( g/cfu)	乳酸菌数( g/cfu) = $-16.168 - 0.087T_{21}$	0.341	0.099
硬度	硬度 = $31221.7 - 121.067T_{21}$	0.917	0.0001
咀嚼性	咀嚼性 = $22956.946 - 89.25T_{21}$	0.931	0.0001
感官总体可受性	感官总体可受性 = $39.031 - 0.138T_{21}$	0.810	0.001

注:  $T_{21}$ : 峰面积(0~10 ms)。

决定系数  $R^2$  为 0.770、Aw 方程的决定系数  $R^2$  为 0.925、硬度方程的决定系数  $R^2$  为 0.917、咀嚼性方程的决定系数  $R^2$  为 0.931、感官总体可受性方程的决定系数  $R^2$  为 0.810。乳酸菌数的回归模型经显著性检验统计学意义较差, 方程的决定系数  $R^2$  为 0.341, 预测结果可信度较低( $p < 0.1$ )。

在模型中, 虽然  $T_{21}$  峰面积作为唯一自变量, 但由于其与  $T_{22}$  峰面积、 $T_{23}$  峰面积存在共线性且呈显著相关, 在实际应用中  $T_{21}$  峰面积可同时表征肉质结合水、细胞质间质水及自由水的变化趋势。在烘干过程中, 由于肉质表面的饱和蒸汽压大于周围空气中的蒸汽压, 自由水逐步散失。在湿度梯度和湿度差的共同作用下, 细胞质间质水分子层及不易流动水分子层同时发生内、外扩散作用。这一系列变化导致肉质发生硬化、干缩干裂, 水分活度降低抑制乳酸菌生长, 氧化肌红蛋白不断积聚使颜色加深, 可见水分变化与各项理化指标、感官总体可受性存在明显间接相关性。所以通过合理的统计方法及模型的构建, 可利用 L-NMR 指标快速准确的预测纯菌种发酵牛肉干烘干过程中的各项理化及感官指标。

### 3 结论

本研究利用 L-NMR 技术结合多重共线性诊断及主成分分析法, 针对纯菌种发酵牛肉干烘干过程, 构建了一套快速、无损、测定精确的评价方法。该评价方法以低场核磁共振  $T_{21}$  峰面积作为自变量, 以理化、感官指标作为因变量, 进行线性回归分析, 其中 Aw、 $a^*$  值、 $b^*$  值、 $L^*$  值、硬度、咀嚼性、感官总体可受性的预测方程显著性  $p$  值小于 0.01, 方程决定系数  $R^2$  分别为 0.925、0.785、0.829、0.770、0.917、0.931、0.810 构建了具有较高统计学意义的预测方程模型。该研究创造性的将 L-NMR 技术应用到畜产品深加工领域, 评价方法可对纯菌种发酵牛肉干烘干过程关键控制点进行有效监控, 为 L-NMR 技术在肉制品工业化生产的应用, 奠定了良好基础及借鉴作用。

#### 参考文献

- [1] 郭瑞, 朱效兵, 石晶红, 等. 植物乳杆菌发酵牛肉干工艺条件的研究[J]. 食品研究与开发, 2015(24): 108-110.
- [2] 陈海涛, 孙杰, 蒲丹丹, 等. OAV 和 GC-MS-O 法鉴定内蒙古风味牛肉风味活性物质[J]. 食品工业科技, 2016(15): 304-308.

[3] 贾娜, 马宏慧, 刘登勇, 等. 直投式发酵剂对纯菌发酵牛肉干品质的影响[J]. 中国食品学报, 2014(12): 106-107.

[4] 单吉祥, 陈杰, 陈利忠, 等. 响应面法优化牛肉干发酵工艺的研究[J]. 食品工业科技, 2010(4): 286-288.

[5] Hills BP, Wright KM, Gillies DG. A low-field, low-cost Halbach magnet array for open-access NMR [J]. Journal of Magnetic Resonance, 2005, 175(2): 336-339.

[6] 杨赫鸿, 李沛军, 孔保华, 等. 低场核磁共振技术在肉品科学研究中的应用[J]. 食品工业科技, 2012(13): 400-405.

[7] 邵小龙, 宋伟, 李云飞. 粮油食品低场核磁共振检测技术研究进展[J]. 中国粮油学报, 2013(7): 114-118.

[8] 王永巍, 王欣, 刘宝林, 等. 低场核磁共振技术检测煎炸油品质[J]. 食品科学, 2012(6): 171-175.

[9] Hullberg A, Bertram HC. Relationships between sensory perception and water distribution determined by low-field NMR  $T_2$  relaxation in processed pork - impact of tumbling and RN-allele [J]. Meat Science, 2005, 69(4): 709-720.

[10] Bertram HC, Karlsson AH, et al. Continuous distribution analysis of  $T_2$  relaxation in meat - an approach in the determination of water-holding capacity [J]. Meat Science, 2002, 60(3): 279-285.

[11] Christensen L, Bertram HC, Aaslyng MD, et al. Protein denaturation and water-protein interactions as affected by low temperature long time treatment of porcine Longissimus dorsi [J]. Meat Science, 2011, 88(4): 718-722.

[12] Adam-Berret M, Rondeau-Mouro C, Riaublanc A, et al. Study of triacylglycerol polymorphs by nuclear magnetic resonance: effects of temperature and chain length on relaxation parameters [J]. Magnetic Resonance in Chemistry, 2008, 46(6): 550-557.

[13] Hanne C.B, HENRIK J. Applications of NMR in Meat Science [D]. Department of Food Science, 2004. 160-167.

[14] 张根生, 沈春燕, 岳晓霞. 乳酸发酵香辣牛肉干的研制[J]. 食品科学, 2006(11): 623-627.

[15] 王雅舒, 秦可欣, 徐静雯, 等. 乳酸菌发酵牛肉的工艺条件优化[J]. 肉类研究, 2012(11): 12-15.

[16] GB/T 23490 《水分活度仪扩散法(2009)测定》[S].

[17] GB 4789.35 《食品微生物学检验 乳酸菌检验(2010)测定》[S].

(下转第 349 页)

白的过敏性仍存在一定的局限,因此在今后的研究中将利用大鼠 RBL-2H3 细胞等多种模型进一步评价大米蛋白的过敏性。

### 参考文献

- [1]李明,李赞高,高红艳.大米蛋白研究进展[J].粮食与油脂 2006 (8):3-5.
- [2]李海飞,高金燕,袁娟丽,等.大米过敏蛋白的研究进展[J].食品科学 2014 35(23):308-312.
- [3]CHEN XiaoWei, Ken Wan-Keung Lau, YANG fan, et al. An adjuvant free mouse model of oral allergenic sensitization to rice seeds protein[J]. BMC Gastroenterology 2011, 11:62.
- [4]黄建芳,王彩霞,向军俭.食物过敏动物模型的研究进展[J].食品科学 2014 35(3):280-284.
- [5]孙拿拿.转基因食品致敏性评价啮齿类动物模型(BN 大鼠和 C3H/HeJ 小鼠)研究[D].北京:中国农业科学院,2010.
- [6]农业部 1782 号公告-13-2012.转基因生物及其产品食用安全检测挪威棕色大鼠致敏实验方法[S].
- [7]Tsukasa Matsuda, Makoto Sugiyama, etc. Purification and Properties of an Allergenic Protein in Rice Grain[J]. Agric. Food Chem. 1988, 36(6):1465-1470.
- [8]Tsukasa matsuda Rieko nomura, Makoto Sugiyama, et al. Immunochemical Studies on Rice Allergenic Proteins [J]. Agricultural and Biological Chemistry, 1991, 55(2):S9-S13.
- [9]H.A.C. Atkinson, J.T. Johnson, J.M. Geet, F. Griroriadou, et al. Brown Norway Rat Model of food allergy: Effect of Plant components on the Development of Oral Sensitization[J]. Food & Chemical Toxicology, 1999, 34(1):27-32.
- [10]Hiroshi Akiyama, Reiko Teshima, Jun-ichiro Sakushima, et al. Examination of oral sensitization with ovalbumin in Brown Norway rats and three strains of mice [J]. Immunology Letters, 2001, 78:1-5.
- [11]何静仁.银杏酸的变应原性及致过敏作用机制研究[D].武汉:华中农业大学,2003
- [12]杨剑婷.白果过敏蛋白及其致敏机理的研究[D].南京:南京林业大学,2003.
- [13]王思芦,汪开毓,赵玲,等.鸡枞菌多糖对免疫抑制小鼠免疫功能的影响[J].中国药理学通报 2013 29(1):59-63.
- [14]陈如程,李娜,樊柏林,等. BN 大鼠致敏动物模型研究[M].中国食品卫生杂志 2014 26(1):14-17.
- [15]夏春丽,舒刚,李艳华.几种补益方剂对雏鸡生长性能和免疫脏器指数的影响(A).安全优质的家禽生产—第十五次全国家禽学术讨论会论文集[C].广东:华南理工大学出版社 2011.522-526.
- [16]龚非力.医学免疫学[M].北京:科学出版社 2009.113.
- [17]王德录,吴学忠.过敏反应中血小板功能的研究进展[J].临床输血与检验 2012, 14(1):92-94.
- [18]刘俊红.食物过敏幼鼠模型的建立与评价[D].福建:福建医科大学 2012.
- [19]黄建芳,王彩霞,向军俭,等.虾过敏 C57/BL6 小鼠动物模型的建立[J].食品工业科技 2012 33(23):358-361.
- [20]孙佳益,王锡昌,李振兴,等.虾类原肌球蛋白的 Balb/c 小鼠致敏动物模型构建研究[J].免疫学杂志 2013 29(2):161-164.
- [21]孙拿拿,张倩男,贾旭东,等. BN 大鼠经口致敏动物模型研究[J].中国食品卫生杂志 2013 25(3):214-217.
- [22]Masayuki Nakase, Takahiro Adachi, etc, et al. Rice (Oryza sativa L.)  $\alpha$ -amylase inhibitors of 14-16 kDa are potential Allergens and Products of a Multigene Family [J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 1996 44(9):2624-2628.
- [23]Hidehiko Izumi, Minoru Sugiyama. Structural characterization of the 16-kDa allergen, RA17, in rice seeds. Prediction of the secondary structure and identification of intramolecular disulfide bridges. [J]. Bioscience, Biotechnology, and Biochemistry, 1999, 63(12):2059-2063.
- [24]Yumiko Usui, Masayuki Nakase. A 33-kDa Allergen from Rice (Oryza sativa L. Japonica) cDNA cloning, expression, and Identification as a novel glyoxalase [J]. The Journal of Biological Chemistry 2001 6(14):11376-11381.
- [25]陈晨.转基因食品致敏性评价 Balb/c 小鼠模型和 RBL-2H3 细胞模型研究[D].北京:中国疾病预防控制中心,2013.
- [18]GB/T16861《感官分析 通过多元分析方法鉴定和选择用于建立感官剖面的描述词(1997)测定》[S].
- [19]Hanne C B, Andersen H J, Karlsson A H. Comparative study of low-field NMR relaxation measurements and two traditional methods in the determination of water holding capacity of pork [J]. Meat Science 2001(57):125-132.
- [20]CHAI AND B MARIETTE, F. MARCHAL, P, et al. Hnuclear magnetic resonance relaxometric characterization of fat and water states in soft and hard cheese [J]. Journal of Dairy Research, 2000 67(4):609-618.
- [21]刘亚娜,孙宝忠,谢鹏,等.甘南牦牛和青海牦牛肉质特性的对比分析[J].食品工业科技 2016(1):71-75.
- [22]黄丹,刘有晴,于华,等.四川传统发酵肉中乳酸菌的分离及发酵特性研究[J].食品工业科技 2016(3):149-152.
- [23]朱晓红,李春,胡海涛,等.结合 LF-NMR 研究不同处理对酱牛肉保水性的影响[J].食品工业科技 2012(4):92-96.
- [24]高媛.风干牦牛肉品质形成规律与工艺改进技术研究[D].中国农业科学院 2013.15-17
- [25]常海军.不同加工条件下牛肉肌内胶原蛋白特性变化及其对品质影响研究[D].南京农业大学 2010.82-83
- [26]吴娜,孙为正,任娇艳,等.广式腊肠加工过程中质构与色泽变化的研究[J].食品工业科技 2009(3):95-97.
- [27]姜晓文,韩剑众.生鲜猪肉持水性的核磁共振研究[J].食品工业科技 2009(7):128-130.
- [28]王勇峰,郎玉苗,丰永红,等.运用逐步回归方法建立牛肉感官品质预测模型[J].食品工业科技 2016(13):67-71.
- [29]周菲,赵凤兰,魏兴民,等. Logistic 回归模型多重共线性诊断及在医学中的应用[J].甘肃中医学院学报,2014(1):90-93.
- [30]杨敏,贺与平,殷勤红,等.云南不同产地玛咖挥发油成分的 GC-MS 检测及多元统计分析[J].食品工业科技 2016(14):67-72.

(上接第 323 页)