

低场核磁共振结合常规理化分析海藻糖对冻藏罗非鱼片品质的影响*

张珂, 关志强, 李敏, 洪鹏志, 吴阳阳

(广东海洋大学 食品科技学院, 广东省水产品加工与安全重点实验室,
水产品深加工广东普通高等学校重点实验室, 广东 湛江, 524088)

摘要 以商业抗冻剂(4%蔗糖+4%山梨醇)和空白处理为对照,以罗非鱼为试验对象,采用低场核磁共振技术(low field nuclear magnetic resonance, NMR)结合常规理化检测方法,分析不同浓度添加剂对罗非鱼片冻藏品质的影响。结果表明:随着冻藏时间的延长,鱼片中不易流动水的横向弛豫时间 T_{21} 和弛豫强度 A_{21} 减小($P < 0.05$);自由水的横向弛豫时间 T_{22} 减小($P < 0.05$),弛豫强度 A_{22} 增大($P < 0.05$),即肌肉内部的水分逐渐向外部转移。与空白对照组相比,8%的海藻糖能够显著提高冻藏罗非鱼片蛋白质的持水性, Ca^{2+} -ATPase活性和弹性($P < 0.05$),且鱼肉的 T_{21} 和 T_{22} 变化与相对应的持水性, Ca^{2+} -ATPase活性和弹性呈正相关($P < 0.05$)。表明8%的海藻糖可增大肌原纤维蛋白凝胶网络结构,提高了肌肉的吸水能力,延缓了蛋白质的变性;同时说明低场核磁共振技术可用于快速检测不同添加剂处理后的罗非鱼片的冻藏品质的变化。

关键词 低场核磁共振;罗非鱼;海藻糖;冻藏;品质

罗非鱼(tilapia)又名非洲鲫鱼、福寿鱼、吴郭鱼等,是世界上仅次于鲤科和鲑科的第三大养殖品种,是高蛋白、低脂肪的经济鱼类之一^[1]。我国是罗非鱼出口大国,其中冷冻罗非鱼片占出口罗非鱼的75%以上^[2],然而在冷藏运输过程中,鱼肉蛋白质会发生干耗、蛋白质变性、解冻后色泽不佳,汁液流失严重,组织纤维化现象加剧等^[3]。我国罗非鱼出口要经过多重的检测、检验、鉴定和认证环节,然而我国大部分企业和质检部门都缺乏先进的检测设备和技 术^[4],合适的浸渍预处理可以改善其冻藏品质,低场核磁技术的应用可为解决检测问题提供新思路。

海藻糖一般是由2个葡萄糖分子以 $\alpha, \alpha-1, 1$ 糖苷键构成的非还原性二糖,其热量为蔗糖的1/4,甜度为蔗糖的45%,以低甜度、低热量的抗冻剂代替传统的商业抗冻剂(4%蔗糖和4%山梨醇按质量比1:1混合)成为了发展趋势。近年来,许多学者证明了海藻糖具有较好的抗冻效果,可有效抑制冷冻鱼糜^[5]及其他鱼蛋白^[7]的冷冻变性。低场核磁共振(low field nuclear magnetic resonance, LF-NMR)是指磁场强

度在0.5 T以下的核磁共振,检测对象一般针对的是样品的物理性质^[10]。根据肌肉中的水的分布不同,可将横向弛豫时间 T_2 分为3种类型^[11]: T_{2b} 表征分子内紧密结合的水,又叫结合水; T_{21} 表征存在于肌原纤维内部的水,也称不易流动水; T_{22} 表征存在于肌原纤维外部的水,也称自由水。低场核磁共振技术以其无需预处理、快速、无损、样品需要量少、实时获得数据等特点,已在食品诸多^[13]领域得到了研究和应用。而国内外采用LF-NMR技术分析不同浓度海藻糖对罗非鱼片冻藏品质的影响还未见报道,本文以罗非鱼为试验对象,采用新型检测技术——LF-NMR技术,并将其与常规理化指标进行相关性分析,直观快速的检测海藻糖浸渍处理后罗非鱼品质的变化。

1 材料与方 法

1.1 材 料

吉富罗非鱼,购于湛江市农贸市场,重约为750 g,共计12条。将健康鲜活的原料宰杀、取肉、去皮,修剪为长(100±5) mm,宽(70±5) mm,厚(9±2) mm(质量约80 g)的鱼片待用。根据本实验室前人的研究^[16]得知海藻糖的适宜添加浓度为1%~8%,故预先配制0%(空白对照组, control check; CK)、2%、8%浓度的海藻糖溶液,4%蔗糖和4%山梨醇1:1质量比混合配置商业抗冻剂,均置于4℃冰箱待用,而后对鱼片进行浸泡处理。

第一作者:硕士研究生(关志强教授为通讯作者, E-mail: mmcgzq@163.com)。

* 广东省教育厅资助项目“冷链水产品动态品质测试及指标跟踪的关键技术研究(2014KTSCX076)”;2013年省部产学研合作专项(2013A090100009)

收稿日期:2015-04-28, 改回日期:2015-08-17

1.2 试剂与仪器

海藻糖,购于河南佳诺食品配料中心;蔗糖、山梨醇(>98%),Ca²⁺-ATPase 测试盒和考马斯亮蓝,购于南京建成生物工程研究所;NaCl(≥96.0%),广东光华科技股份有限公司。

MicroMR 核磁共振交联密度仪,上海纽迈电子科技有限公司;TMS-PRO 质构仪,美国 FTC;GTR22-I 型高速冷冻离心机,北京时代北利离心机有限公司;125 型均质机,上海依背机械设备有限公司;UV-8000A 紫外分光光度计,上海元析仪器有限公司;HHS 型恒温水浴锅,上海博迅实业有限公司;AUY220 型分析天平,日本岛津仪器有限公司;BCD-225SDCW 冰箱,青岛海尔股份有限公司。

1.3 实验方法

1.3.1 持水性(water-holding capacity;WHC)的测定

参考 Lakshmanan 等人^[17]的方法,稍加改动进行测定。取 2.00 g 切碎的鱼肉置于垫有 2 层滤纸(事先称重)的离心管中,然后在转速为 3 000 r/min,10 °C 条件下离心 10 min,称取离心后的滤纸质量,鱼肉的持水性可按以下公式计算:

$$WHC/\% = \left(1 - \frac{m_2 - m_1}{m}\right) \times 100 \quad (1)$$

其中: m_2 是离心后滤纸质量, g; m_1 是离心前滤纸质量, g; m 是鱼肉质量, (2.00 ± 0.01) g。

1.3.2 Ca²⁺-ATPase 活性的测定

按照南京建成生物工程所研发的 ATP 酶测试盒说明进行测量, Ca²⁺-ATPase 活性以 25 °C 每毫克蛋白质在每分钟内所产生的无机磷的微摩尔数表示,单位即 μmolPi/(mg 蛋白·h)。

1.3.3 弹性的测定

采用平底柱形探头 p/5 (直径 5 mm), 样品采用 TPA 模式进行测试^[18] 鱼片质构(弹性), 具体实验条件为: 测试速率 60 mm/min, 压缩程度 50%, 停留间隔时间 5 s, 环境温度控制在 18 ~ 20 °C。

1.3.4 水分弛豫时间和弛豫强度的测定

冻藏罗非鱼片在 4 °C 冰箱解冻 24 h 后, 取质量约为 2.5 g, 体积约为 1 cm × 1 cm × 1 cm 大小的肉块, 放入直径约为 17.0 mm 的核磁管中进行测定。首先在参数设置中选择硬脉冲序列(Hard Pulse FID), 寻找中心频率, 然后进入 CPMG (carr-purcell-meiboom-gill) 序列, 参数设置为: 主频为 22 MHz, 射频信号频率偏移量 O1 = 840 899.4 Hz, 采样点数 TD = 1 024, 采样频率 SW = 200 kHz, 采样起始点 D3 = 80

μs, 重复采样的时间间隔 $T_R = 1\ 000$ ms, 重复采样次数 NS = 4, 半回波时间 $\tau = 100$ μs, 回波个数 EchoCnt = 1 800。检测之后进行数据反演横向弛豫时间 T_2 的分布情况。利用 CPMG 序列来检测样品的横向弛豫过程, 其弛豫信号的数学表达式为:

$$M(t) = \sum p_i \exp\left(-\frac{t}{T_{2i}}\right) \quad (2)$$

其中: $M(t)$ 为横向磁化矢量衰减到 t 时间后的信号量; P_i 表示样品中第 i 种成分的信号强度。总信号的大小是所有成分产生信号大小的总和, T_{2i} 表示样品中第 i 种成分的横向弛豫时间。

1.3.5 数据处理

试验数据均为 3 次平行结果的平均值, 用 Origin 8 软件进行作图, 利用 JMP 7 软件对数据进行单因素方差分析和 Tukey HSD 多重比较 ($P < 0.05$ 为差异显著), 利用 SPSS18.0 进行相关性分析。

2 结果与讨论

2.1 不同浓度添加剂对冻藏罗非鱼片的持水性(WHC)的影响

由图 1 知, 4 组鱼片的持水性整体呈下降趋势。添加剂组鱼片在第 3 周时持水性略微下降, 这或许是由于此时肌肉处于僵直期, pH 值达到等电点, 静电荷数达到最低, 蛋白质发生聚集, 降低了吸引水分子的能力, 从而导致肌肉持水性降低^[19]; 第 4 周时, 鱼片持水性又有所增大, 或许是由于糖分子中大量氢键与蛋白质和水分子结合所致^[20]。而第 4 周后, 4 组鱼片持水性显著下降 ($P < 0.05$), Elisabeth^[21] 等人认为, 或许是由于鱼肉在冻藏过程中冰晶不断挤压细胞结构, 肌原纤维蛋白变性程度变大, 结合水的能力下降。鱼片冻藏到第八周, 2% 海藻糖组和 CK 组显著降低 ($P < 0.05$), 且两者无差异 ($P > 0.05$); 而商业抗冻剂和 8% 海藻糖可显著增大持水性 ($P < 0.05$)。

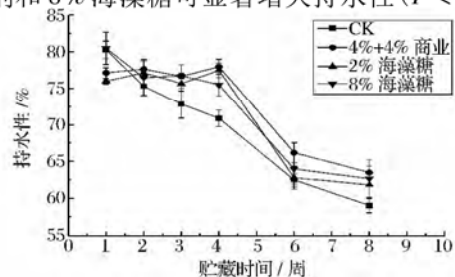


图 1 添加剂对冻藏罗非鱼片 WHC 变化的影响

Fig. 1 Effects of cryoprotectants on WHC of tilapia fillets during frozen storage

2.2 不同浓度添加剂对冻藏罗非鱼片 Ca^{2+} -ATPase 活性的影响

如图2所示,在冻藏的8周内,罗非鱼片肌原纤维蛋白的 Ca^{2+} -ATPase 活性逐渐下降,CK组显著下降($P < 0.05$),由 $3.01 \mu\text{mol Pi}/(\text{mg 蛋白} \cdot \text{h})$ 下降到 $0.62 \mu\text{mol Pi}/(\text{mg 蛋白} \cdot \text{h})$;添加抗冻剂后,酶活性下降较为缓慢,其中商业抗冻剂和8%海藻糖组中鱼片的酶活性下降最小,仅降低了1.66和1.92,且无显著差异($P > 0.05$);2%海藻糖次之,此结果与Aimei Zhou等人得出结果相似。Benjakul等人^[22]解释,肌肉中 Ca^{2+} -ATPase 活性的下降是由于冷冻过程中冰晶的形成改变了离子强度或者肌动球蛋白表面疏水性集团被氧化,导致肌原纤维蛋白构象的改变,从而降低其 Ca^{2+} -ATPase 活性。由此说明,8%海藻糖与商业抗冻剂具有类似的抗冻效果,都可以延缓肌原纤维蛋白在冻藏过程中结构的改变,从而抑制酶活性的降低。

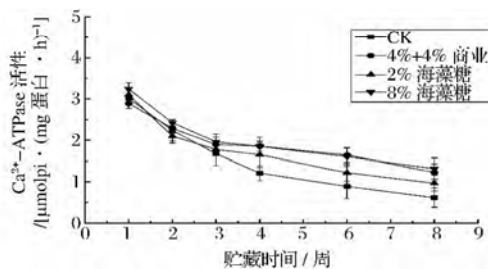


图2 添加剂对冻藏罗非鱼片 Ca^{2+} -ATPase 活性变化的影响

Fig. 2 Effects of cryoprotectants on Ca^{2+} -ATPase activity of tilapia fillets during frozen storage

2.3 不同浓度添加剂对冻藏罗非鱼片弹性 (springiness) 的影响

由图3与图1比较可以看出,罗非鱼弹性变化与其持水性变化类似,这是由于弹性与样品恢复形变的速度和程度有关,产品质地若是过软(即持水性较差),恢复形变的速度就会减慢,致使弹性的得分降低^[23]。由以上分析可知,第3周时肌肉处于僵硬期,故肌肉的弹性下降;随后肌肉解僵,弹性有所恢复;而后肌肉进入腐败期,蛋白质变性较为严重,肌肉的弹性开始显著下降($P < 0.05$)。同样的,添加8%海藻糖和商业抗冻剂的罗非鱼片中,由于糖分子中氢键与水或蛋白质的结合,延缓了蛋白质的结构改变^[24],弹性也比其余两组显著增大($P < 0.05$)。

由以上3个理化指标的分析得到,8%的海藻糖与商业抗冻剂有同等的抗冻效果,2%的海藻糖稍差,但都比CK组能够显著延缓蛋白质的变性程度,提高

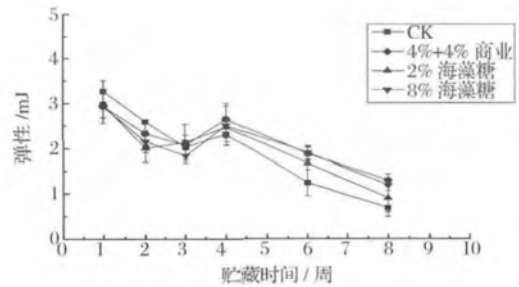


图3 添加剂对冻藏罗非鱼片弹性变化的影响

Fig. 3 Effects of cryoprotectants on springiness of tilapia fillets during frozen storage

鱼肉中肌原纤维蛋白的持水性和弹性,又因其低糖低热量的优势,本试验中选择8%的海藻糖为较好的抗冻剂。

2.4 以 LF-NMR 横向弛豫时间 T_2 分析鱼肉中水分的变化

质子处于不同的化学环境就会导致横向弛豫时间 T_2 的不同, T_2 值越小,质子的自由度越小, T_2 值越大,质子的自由度越大。 T_2 值的变化能够反映水分子的流动性^[25],以8%海藻糖组与CK组罗非鱼片为例,对 T_{21} 和 T_{22} 进行分析,观察冻藏期间鱼肉中水分的变化见下图4。

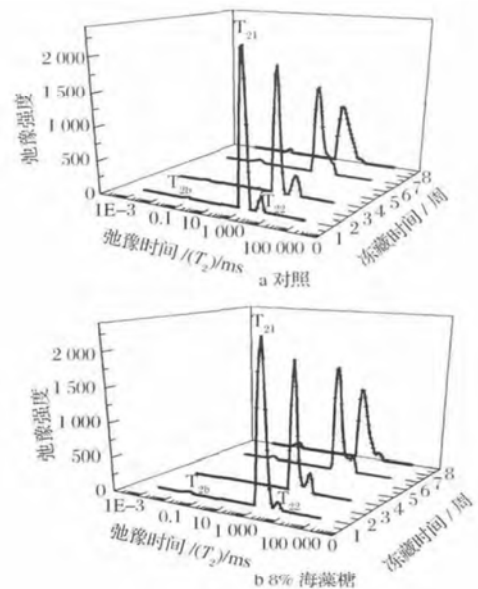


图4 添加剂对冻藏罗非鱼片横向弛豫时间 T_2 的影响

Fig. 4 Effects of cryoprotectants on transversal relaxation time T_2 of tilapia fillets during frozen storage

(注:a为CK组的罗非鱼片分别在冻藏1、3、6、8周弛豫信号的分布;b为8%海藻糖组的罗非鱼片分别在冻藏1、3、6、8周弛豫信号的分布)

根据图 4 中罗非鱼片横向弛豫时间分布情况可知,罗非鱼肌肉中水分主要分为 3 种形式:与大分子紧密结合的水,即结合水 T_{2b} (0.1 ~ 1.0 ms);存在于肌原纤维内部的水,即不易流动水 T_{21} (10 ~ 100 ms);存在于肌原纤维网络外部的的水,即自由水 T_{22} (100 ~ 800 ms)。图 4 的整体表现为:随着冻藏时间的延长,鱼片中不易流动水的横向弛豫时间 T_{21} 和弛豫强度 A_{21} 减小 ($P < 0.05$);自由水的横向弛豫时间 T_{21} 减小 ($P < 0.05$),弛豫强度 A_{22} 增大 ($P < 0.05$)。仅由图 4 - b 可知,8% 海藻糖一组内的罗非鱼片在冻藏 8 周内不易流动水的横向弛豫时间 T_{21} 从 100.00 ms 下降到 75.65 ms ($P < 0.05$),相对应的峰面积 A_{21} 也显著下降 ($P < 0.05$),这与 Isabel Sánchez-Alonso^[26] 等人的结果相似,是由于随着冷藏时间的延长,蛋白质变性程度变大,不易流动水含量降低。 T_{22} 由 464.16 ms 降低到 305.38 ms ($P < 0.05$),对应的峰面积 A_{22} 却有所增加了 ($P < 0.05$),且与不易流动水连在一起,正如 Bertram^[27] 等人所说的自由水的含量 A_{22} 随着肌肉中水分损失增加而增大,即鱼片在冻藏过程中肌肉内部的水分逐渐向外部转移。此结论与本试验之前的测得的罗非鱼持水性减小,酶活性和弹性降低呈现相同趋势。

比较图 4 - a 和图 4 - b 中同一时期水分的弛豫时间和强度可知,8% 海藻糖组的罗非鱼肌肉中不易流动水的横向弛豫时间 T_{21} 由 86.97 ms 增加到 100.00 ms ($P < 0.05$),弛豫强度 A_{21} 下降较空白组缓慢;自由水的 T_{22} 由 351.11 ms 增加到 464.16 ms 增大 ($P < 0.05$),弛豫强度 A_{22} 增加也较为缓慢;结合水部分水分弛豫时间 T_{2b} 和强度变化不大 ($P > 0.05$)。这与 Carla da Silva Carneiro 等人^[28] 在冻虾中加入三聚磷酸钠有相似的结果,主要是由于海藻糖的加入导致肌原纤维蛋白凝胶网络结构增大,从而提高肌肉的吸水能力和水分子的移动性,减小蛋白质变性程度。

2.5 理化指标与 LF-NMR 结果的比较

利用 SPSS18.0 软件,以 8% 海藻糖组为例,将其理化指标(持水性、 Ca^{2+} -ATPase 活性和弹性)与横向弛豫时间 T_{21} 和 T_{22} 分别进行皮尔森相关性分析,可得出表 1 所示结果。

由表 1 可以看出,8% 海藻糖处理后的罗非鱼片的不易流动水和自由水的横向弛豫时间 T_{21} 和 T_{22} 分布与 Ca^{2+} -ATPase 活性有较好的相关性 ($P < 0.05$),相关系数都达到 0.95 以上; T_{21} 与持水性相关系数为 0.952,相关度较高 ($P < 0.05$),与 Isabel Sánchez-

Alonso^[30] 提出 T_{21} 与持水性直接相关的结论一致; T_{22} 与弹性也有高的相关度 ($P < 0.05$),可见鱼片的弹性与自由水含量变化趋势相一致。基于对核磁信号和常规理化指标的综合对比可知,8% 海藻糖在提高鱼片持水力进而增加产量,延缓鱼肉蛋白抗冻,改善质构等方面有较好的效果,是一种性能优良的抗冻剂。

表 1 8% 海藻糖处理后的罗非鱼片的理化指标与 LF-NMR 结果的相关性

Table 1 Correlations between the physicochemical parameters and the LF-NMR relaxation data of frozen tilapia fillets with 8% trehalose

	皮尔森相关系数(r)	
	T_{21}	T_{22}
持水性	0.952*	0.880
Ca^{2+} -ATPase 活性	0.972*	0.961*
弹性	0.882	0.911*

注:* 代表相关性在 $P < 0.05$ 水平上显著。

3 结论

利用 LF-NMR 的横向弛豫时间分析海藻糖对不同冻藏期罗非鱼片品质的影响,结果表明,随着冻藏时间的延长,鱼片中不易流动水的横向弛豫时间 (T_{21}) 和弛豫强度 (A_{21}) 减小;自由水的横向弛豫时间变小 (T_{22}),弛豫强度 (A_{22}) 变大,即肌肉内部的水分逐渐向外部转移。

添加 8% 海藻糖能提高鱼肉蛋白质的持水性, Ca^{2+} -ATPase 活性和弹性;此外,加入 8% 海藻糖会使罗非鱼片横向弛豫时间 T_{21} 和 T_{22} 增大,即增大肌原纤维蛋白凝胶网络结构,提高了肌肉的吸水能力和水分子的移动性,延缓了蛋白质的变性,本试验中认为 8% 的海藻糖为较优的抗冻剂,且该组核磁信号与相应的持水性, Ca^{2+} -ATPase 活性和弹性等理化指标变化趋势呈正相关 ($P < 0.05$)。因此,LF-NMR 这种无损伤、快速的新型检测技术,可用于检测不同加工处理后的罗非鱼片水分变化,进而保证食品质量,提高经济效益。

参 考 文 献

- [1] 唐小丹,周春霞,洪鹏志,等. 罗非鱼肉蛋白的分离及其性质研究 [J]. 食品科技,2011,36 (6):156 - 166.
- [2] 包特力根白乙. 中国罗非鱼养殖产业发展及市场前景 [J]. 安徽农业科学,2014,42 (33):11 956 - 11 958.
- [3] 蒋小强. 冷冻对文蛤和波纹巴非蛤食品品质影响及改善的比较研究 [D]. 湛江:广东海洋大学,2004.

- [4] 付少祥. 美国食品安全贸易壁垒对中国罗非鱼出口的影响及其对策 [J]. 食品研究与开发, 2014, 35 (18) : 151 - 155.
- [5] ZHOU A M, Benjakul S, PAN K, et al. Cryoprotective effects of trehalose and sodium lactate on tilapia (*Sarotherodon nilotica*) surimi during frozen storage [J]. Food Chemistry, 2006, 96 (1) : 96 - 103.
- [6] Laura C D, Clara A T, Javier B, et al. Gelation process in two different squid (*Dosidicus gigas*) surimis throughout frozen storage as affected by several cryoprotectants: Thermal, mechanical and dynamic rheological properties [J]. Journal of Food Engineering, 2011, 107 (1) : 107 - 116.
- [7] 马妍, 谢晶, 周然, 等. 复合抗冻剂在暗纹东方鲀冻藏过程中的应用 [J]. 食品与生物技术学报, 2012, 31 (5) : 543 - 548.
- [8] 张静雅, 陆剑锋, 林琳. 鲑鱼冷冻鱼糜抗冻剂的复配研究 [J]. 食品科学, 2012, 33 (2) : 127 - 132.
- [9] Ee-Tien Tee, Lee-Fong Siow. Physical and sensory properties of frozen spanish mackerel (*Scomberomorus guttatus*) fish balls added with cryoprotectants [J]. Food and Bioprocess Technology, 2014, 7 (12) : 3 442 - 3 454.
- [10] Hills B P, Wright K M, Gillies D G. A low-field low-cost Halbach magnet array for open-access NMR [J]. Journal of Magnetic Resonance, 2005, 175 (2) : 336 - 339.
- [11] Bertram H C, Andersen H J. NMR and the water-holding issue of pork [J]. Journal of Animal Breeding and Genetics, 2007, 124 (1) : 35 - 42.
- [12] 阮榕生. 核磁共振技术在食品和生物体系中的应用 [M]. 北京: 中国轻工业出版社, 2009: 1 - 36.
- [13] 庞之列, 殷燕, 李春保. 解冻猪肉品质和基于 LF-NMR 技术的检测方法 [J]. 食品科学, 2014, 35 (24) : 219 - 223.
- [14] 胡博然, 周妍, 朱勇, 等. 利用核磁共振技术和电子舌技术分析 2 个产区干红葡萄酒代谢产物的差异 [J]. 食品与发酵工业, 2013, 39 (10) : 215 - 222.
- [15] 刘贺, 李君, 庚平, 等. 转谷氨酰胺酶对 Cheddar 干酪力学性质的影响 [J]. 食品与发酵工业, 2014, 40 (6) : 70 - 75.
- [16] 康彦. 抗冻剂对罗非鱼冻藏品质影响的研究 [D]. 湛江, 广东海洋大学, 2014.
- [17] Lakshmanan R, Parkinson J A, Piggott J R. High-pressure processing and water-holding capacity of fresh and cold-smoked salmon (*Salmo salar*) [J]. LWT-Food Science and Technology, 2007, 40 (3) : 544 - 551.
- [18] 王俏仪, 董强, 卢水仙, 等. 冷冻贮藏对罗非鱼肌肉质构特性的影响 [J]. 广东海洋大学学报, 2011, 31 (4) : 86 - 90.
- [19] 姜晓文. 肌肉水分分布、抗氧化性与生鲜猪肉持水性的关系 [D]. 杭州: 浙江工商大学, 2009.
- [20] 蒙健宗, 秦小明, 赵文报, 等. 海藻糖对冷冻罗非鱼片蛋白质变性作用的影响 [J]. 食品工业科技, 2007, 28 (2) : 214 - 217.
- [21] Elisabeth H L, Steven M L. Mechanisms of water-holding capacity of meat: The role of postmortem biochemical and structural changes [J]. Meat Science, 2005, 71 (1) : 194 - 204.
- [22] Benjakul S, Bauer F. Physicochemical and enzymatic changes of cod muscle proteins subjected to different freeze-thaw cycles [J]. Journal of the Science of Food and Agriculture, 2000, 80 (8) : 1 143 - 1 150.
- [23] 殷俊, 梅灿辉, 陈斌, 等. 肉丸品质的质构与感观分析 [J]. 现代食品科技, 2011, 27 (1) : 50 - 55.
- [24] 薛勇, 薛长湖, 李兆杰, 等. 海藻糖对冻藏过程中鳙肌原纤维蛋白冷冻变性的影响 [J]. 中国水产科学, 2006, 13 (4) : 637 - 641.
- [25] 陈亚勋, 屈小娟, 刘书成, 等. 高密度 CO₂ 处理虾仁营养组成和水分子状态的变化规律 [J]. 农业工程学报, 2014, 30 (13) : 268 - 275.
- [26] Isabel Sánchez-Alonso, Pilar Morenob, Mercedes Carecheb. Low field nuclear magnetic resonance (LF-NMR) relaxometry in hake (*Merluccius merluccius*, L.) muscle after different freezing and storage conditions [J]. Food Chemistry, 2014, 153 (15) : 250 - 257.
- [27] Bertram H C, Dønstrup S, Karlsson A H, et al. Continuous distribution analysis of T₂ relaxation in meat—an approach in the determination of water-holding capacity [J]. Meat Science, 2002, 60 (3) : 279 - 285.
- [28] Carla da Silva Carneiro, Eliane Teixeira Múrsico, Roberta de Oliveira Resende Ribeiro, et al. Studies of the effect of sodium tripolyphosphate on frozen shrimp by physicochemical analytical methods and Low Field Nuclear Magnetic Resonance (LF ¹H NMR) [J]. LWT-Food Science and Technology, 2013, 50 (2) : 401 - 407.
- [29] Pearce K L, Rosenvold K, Andersen H J, et al. Water distribution and mobility in meat during the conversion of muscle to meat and ageing and the impacts on fresh meat quality attributes: A review [J]. Meat Science, 2011, 89 (2) : 111 - 124.
- [30] Isabel Sánchez-Alonso, Iciar Martínez, Javier Sánchez-Valencia, et al. Estimation of freezing storage time and quality changes in hake (*Merluccius merluccius*, L.) by low field NMR [J]. Food Chemistry, 2012, 135 (3) : 1 626 - 1 634.

Assessment of the effect of trehalose on frozen tilapia fillets by low field nuclear magnetic resonance (LF-NMR) and conventional physicochemical analytical methods

ZHANG Ke, GUAN Zhi-qiang, LI Min, HONG Peng-zhi, WU Yang-yang

(College of Food Science and Technology, Guangdong Ocean University, Guangdong Provincial Key Laboratory
of Aquatic Product Processing and Safety, Key Laboratory of Advanced Processing of
Aquatic Products of Guangdong Higher Education Institution, Zhanjiang 524088, China)

ABSTRACT Low field nuclear magnetic resonance (LF-NMR) and physicochemical analysis were combined to study tilapia fillets at different treatments with cryoprotectants (0%, 2%, 8% trehalose, 4% sucrose and 4% sorbitol) and stored at $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ for up to 8 weeks. The result showed that the faster relaxation component T_{21} represents the water within the myofibrillar structure, and corresponding signal amplitude A_{21} decreased pronouncedly ($P < 0.05$). The slower relaxation component T_{22} represents the water outside the myofibrils, which were significantly decreased ($P < 0.05$). Compared to the control, the measurement of 8% trehalose obtained a higher WHC, Ca^{2+} -ATPase, and significant springiness ($P < 0.05$); T_{21} in tilapia fillets immersed in 8% trehalose for longer time, the signal amplitude A_{21} became bigger as well. This indicated that 8% trehalose widen the space between protein networks, increased the hydrogen bond developed between protein and trehalose, increased water absorption ability. At the same time, the experiment showed that Low field nuclear magnetic resonance can be used in quick detection of quality changes of tilapia fillets after different treatment of food additives.

Key words LF-NMR; tilapia; trehalose; frozen storage; quality