

肉制品的分析方法(一)

中国肉类食品综合研究中心张元生译 王丹辉校

本文详细介绍了肉制品的分析方法。只要技术人员按照基本要求执行,大部分的结果是很好的。其中有些方法是根据农业化学家协会的相应方法修改的。当需要对原料、肉馅和成品进行分析时,这些方法特别适用,既准确又可靠。

分析用样品约30克,这样一份样品可用于分析水份、蛋白质、脂肪和灰分。用这种方法可以确知法兰克福香肠组份的变化。加热样品使之干燥,可测出水份含量。用提取溶剂处理干燥后的残留物,可以提取脂肪,加热除去溶剂脂肪称重,并脱脂后的样品称重,用差减法(脱水残留物减去脱脂残留物重量)可测出脂肪含量,将脱脂残留物分成若干份等量的待测样,用凯氏定氮法分析蛋白质含量。将一份待测样灼烧成灰分并称重又可得到灰分的重量。在全肉肉制品中,灰份与蛋白质重量之和等于脱脂残留物的重量。如脱脂残留物重量高于灰份与蛋白质之和,则表明肉制品中存在碳水化合物原料,意味着添加了非肉添加剂,如奶制品或植物性配料。

目前,快速分析方法,尽管准确度稍差,但通常用于测定在加工的各个阶段原料肉和成品中的脂肪、水份和蛋白质的含量。了解组份含量是有利的合理的控制方法。现已制定出多种快速脂肪分析的方法,包括提炼和称重、容量的测定、比重法、X射线法、电介质的测量或超声波法。但是,只有标准的分析方法才能作为法定有效的方法。我们在介绍正在工业中采用的这些快速测定

方法时,也将详细讨论这些方法。

一、水份

1.原理:

通过提高温度来干燥样品,可测定水份含量,由样品干燥前、后的重量差就可得出百分比的水份。

2.仪器:

①分析天秤;②干燥箱;③有盖的铝盒,直径约6.2公分,高约9.3公分;④干燥器;⑤实验室用的绞肉机、斩拌机或搅拌机。

3.步骤分析:

取有代表性的肉制品样品,若不够细碎,应在斩拌机斩细和搅拌均匀,以得到组份均匀的样品。精确称出30.0克斩拌好的样品放在事先称过重量的铝盒内,在100℃温度下烘干至恒重(约12~16小时)。然后盖上盒盖并在干燥器内冷却,再称重。

4.结果的计算:

固形物重量=(干燥后样品和容器重)
-容器重量。

$$\text{固形物}(\%) = \frac{\text{固形物重量}}{\text{初始样品重量}(30.0\text{克})} \times 100$$

$$\text{水份}(\%) = 100.00 - \text{固形物}(\%)$$

5测试限制:

本方法是根据水从样品中挥发及其后的蒸发来测水份含量的。在100℃时,肉样品可能还含有其它非水物质。

二、脂肪

1. 原理:

选用适宜的溶剂提取去水后样品中的脂肪,可以测定样品中脂肪含量。

2. 仪器:

①刮勺;②可调温的索氏抽提装置(测脂肪用);③干燥箱;④玻璃漏斗;⑤分析天秤。

3. 试剂:

250毫升Skellysolvl F 工业级溶剂(己烷或石油醚)

4. 步骤:

将脱水样品小心地加到一个抽提筒内,用溶剂反复冲洗铝盒,将其中的小颗粒和游离脂肪全部冲入筒内,再将抽提筒移入连有接受烧瓶的抽提器中,并通过玻璃漏斗加入溶剂冲洗抽提筒之后,将抽提器和接受烧瓶连结到索氏冷凝管上。调整电加热装置,使溶剂每小时虹吸5~6次,整个索氏装置提取脂肪16~20小时。提取后,取出抽提筒移入最初的铝盒内。将铝盒放入100℃烘箱内干燥约2小时,使脱脂后样品中残留的溶剂蒸发。用刮勺仔细地将所有的残留物从抽提筒中刮到铝盒内,并称重。

5. 结果的计算:

脱脂残留物重量=(脱脂残留量和铝容器盒重量)-铝容器盒的重量。

$$\text{脱脂残留量}(\%) = \frac{\text{脱脂残留物的重量}}{\text{初始样品的重量}(30.0\text{克})} \times 100$$

脂肪重量=(脱脂固形物和铝盒的重量)
-(脱脂残留物和铝容器盒的重量)

$$\text{脂肪}(\%) = \frac{\text{脂肪的重量}}{\text{原始样品的重量}(30.0\text{克})} \times 100$$

6. 测试限制:

己烷不仅能提取脂肪,在个别情况下,还能提取样品中的其它物质。

7. 安全防护措施:

己烷是可燃的,应注意充分通风和避免明火。

三、蛋白质

1. 原理:

测定肉样品中蛋白质含量的方法是:用标准的凯氏定氮法测出样品中总的含氮量,并将其转换为蛋白质的百分含量。

2. 仪器:

①凯氏消化装置;②凯氏蒸馏装置;③2个800毫升凯氏烧瓶;④1个100毫升量筒;⑤2个500毫升的锥形烧瓶;⑥1个50毫升的滴定管;⑦分析天秤;⑧2张恒重的脱氮过滤纸;⑨4个玻璃球。

3. 试剂:

①铜丝(18号标准规格,7.5公分长);②35毫升硫酸;③15克硫酸钾(颗粒状,分析纯,美国化学协会标准);④400毫升蒸馏水;⑤60毫升5%的氢氧化钠;⑥50毫升2%的硼酸;⑦5份0.1%溴甲酚绿的乙醇溶液;⑧1份0.1%甲基红的醇溶液;⑨4克锌屑(化学纯,美国化学协会标准);⑩0.5N(N为当量浓度)盐酸。

4. 步骤:

将脱脂后的样品(见脂肪分析)在恒重脱氮过滤纸上称取1份样品,小心折好滤纸并移入凯氏烧瓶内。加入1根铜丝,35毫升硫酸、2个玻璃球和15克硫酸钾。在消化装置上缓缓加热烧瓶至泡沫平息。加热使消化液沸腾,当溶液无色(约2个小时)后,继续消化一段时间,冷却烧瓶。慢慢加入400毫升蒸馏水和60毫升5%的氢氧化钠(应沿烧瓶的管壁注入氢氧化钠,这样它不会立刻与消化液混合)。加一些铁屑到烧瓶内,将凯氏烧瓶放在蒸馏装置上,由连接球接到冷凝管上,把冷凝管的尖咀插入500ml的锥形烧瓶,瓶内有50毫升2%的硼酸溶液。温火加

热,不时振荡锥形烧瓶,使内容物混合均匀。至150~200毫升馏出液进入接受烧瓶内时,使冷凝管尖嘴离开馏出液液面,继续蒸馏2~5分钟直到蒸汽从冷凝管出来。

用0.5N的标准盐酸滴定馏出液,当馏出液的颜色从兰绿色变为无色时,即到终点。

5. 结果的计算:

蛋白质(%) =

标准盐酸的毫升数×醇的当量浓度
×0.014×6.25×100

测定样品的重量

如果测定份数很多,实际中可将标准盐酸的当量浓度调到0.57143N,于是蛋白质系数(当量浓度×0.014×6.25)是0.0500。如果欲计算样品的重量,用脱脂残留物百分含量的1/10来计算。如果要计算样品中蛋白质的百分含量,用标准液的毫升数除以2。

6. 测试限制:

假定本方法可测出蛋白质中的含氮量为16%,则使用的蛋白质系数是6.25。

7. 安全防护措施:

凯氏消化反应在无烟火橱内进行,当处理强酸时要特别小心,应戴上安全眼镜。

四. 灰分

1. 原理:

加热去掉有机物,用重量法测定剩下的无机盐。

2. 仪器

①马福炉(回热炉);②分析天秤;③两个恒重的陶瓷坩锅;④一把坩锅钳;⑤软膏刀。

3. 步骤

称取1份已脱脂的样品,放入陶瓷坩锅内。再将坩锅放进马福炉内,在不超过500℃的温度下灼烧12小时,移入干燥器内冷却,然后称量灰分和坩锅的总重。

4. 结果的计算:

灰分量(%) = $\frac{\text{灰分的重量}}{\text{样品的重量}} \times 100$

5. 测试限制:

灰分的含量在一定程度上取决于灰分的性质。在灼烧的初始阶段,某些成分(氯化物)可能挥发、(硫酸盐)被还原,或络合物被蒸馏。

五. 硝酸盐

虽然有几种测定硝酸盐的方法,但测定生物原料像肉或干酪中的硝酸盐是很复杂的。而兰喀斯特实验室用的方法完全可用于测定发酵香肠中的硝酸盐。

1. 原理:

硝酸盐还原为亚硝酸盐,亚硝酸盐与偶合试剂反应形成有色的化合物,用分光光度法比色可以确定亚硝酸盐的含量,当样品中同时含有亚硝酸盐和硝酸盐时,首先测出未还原的样品滤出液中亚硝酸盐的含量,再从还原柱流出液中测出总的亚硝酸盐含量(包括样品中的亚硝酸盐和从硝酸盐转化的亚硝酸盐)。上述两亚硝酸盐含量之差即为硝酸盐的含量。

2. 仪器:

①轴反应振荡器;②分光光度计;③还原柱。

将锌棒放进500毫升的20%硫酸镉溶液中,用以制备金属镉。在经过约3小时的反应后,弃掉溶液,并在锌棒上刮下像苔样的镉。将镉放进高速的混合机中,加500毫升的水,并加固体混和2秒钟。用水通过滤网清洗精细的金属颗粒,仅选择20~40目的颗粒。

将还原柱(50毫升滴定管)装满水,并加上2公分厚玻璃棉,然后用一玻璃棒把玻璃棉推到柱底并挤出空气。缓缓加入金属镉,使

镉层高10公分。先用25毫升0.1N的盐酸和2份25毫升的水,最后是25毫升稀释的氯化铵缓冲溶液(1+9)顺次冲洗镉柱。不用时,应用氯化钠溶液封住镉柱。

在不分析期间如果镉柱总由盐溶液复盖,柱可以重复使用。当连续处理高蛋白质或含有其它可溶性有机物样品时,样品流经镉柱的速度将逐渐减小。这时再用25毫升0.1N盐酸处理,可恢复原来的流速。如果不能恢复的话,应制备新的镉柱。流速的稳定性是非常重要的。实际的速率可能是3~5毫升/分钟,一旦速率确定,对样品和标准样都是一致的。

3. 试剂:

①氯化铵缓冲溶液, PH9.6: 溶解50克氯化铵于500毫升蒸馏水中,用氨水调整PH值,用水稀释到1升。可长期保持稳定。

②氢氧化铝: 在1升蒸馏水中溶解125克十二水硫酸铝钾,加热到60℃边搅拌边慢慢加入55毫升浓氨水,使之混合沉淀1小时。通过真空过滤,清洗悬浮物,接着在洁净蒸馏水中再次悬浮,反复冲洗直到滤液中不含氨、氯化物、硝酸盐和亚硝酸盐为止。倾出上层清液以得到浓缩的悬浮物。使用前用力摇晃以使沉淀再次悬浮。

③氯化钠溶液: 溶解100克食盐于500毫升水中,加50毫升氯化铵缓冲溶液,并用水稀释到1升,长期稳定。

④0.5%对氨基苯磺酰胺溶液: 在250毫升盐酸中溶解1.25克对氨基苯磺酰胺,稳定1~2个月。

⑤偶合剂: 溶解0.5克N—(1—萘基) 盐酸二氨基乙烯于100毫升水中,盛入褐色瓶内,放冰箱内保存,使溶液稳定几个星期。

⑥硝酸盐氮工作溶液(3μgNO₃⁻—N/毫升): 溶解0.867克硝酸钾于1升水中,吸取25毫升蒸馏水稀释到1升。每次分析时临时配制。

4. 步骤:

将2克斩细均匀的肉馅样品放入250毫升的锥形烧瓶中,加入5毫升氯化铵缓冲溶液,25毫升氢氧化铝混浊物和20毫升重蒸水。然后将三角瓶放在机械振荡器上振荡20分钟。再通过瓦特曼41号过滤纸过滤溶液,滤液收集在100毫升容量瓶内,用重蒸水清洗滤纸至烧瓶内含有100毫升溶液,此为样品液。

吸取20毫升样品液于镉柱上。使用前,应用重蒸水冲洗镉柱(永远不要使镉柱干燥),对于蛋白质含量高的肉制品,应将吸取的样品液稀释到10倍,再吸取20毫升的稀释溶液于镉柱上。然后用15毫升食盐溶液和10毫升重蒸水先后冲洗镉柱,将所有的洗提液收集在100毫升容量瓶中。在分析下一个样品之前,应用10毫升重蒸水冲洗镉柱。

向洗提液中加入5毫升对氨基苯磺酰胺溶液,充分混合,放置3分钟,加入2毫升偶合剂混合,用重蒸水稀释到100毫升,显色至少20分钟。然后在540毫微米波长处读出样品的吸光度,空白参照样也应经过上述全部分析步骤并加对氨基苯磺酰胺和偶合剂显色。形成的颜色至少在2小时内不褪色。

5. 计算

制作标准曲线,分别吸取0、1、2、3、4和5毫升硝酸盐标准溶液放于100毫升的烧杯内,添加5毫升的缓冲溶液并稀释到约20毫升。使标准样品通过镉柱像处理样品一样冲洗。将洗提液收集到100毫升容量瓶中,按处理样品的方法,使其显色,记录吸光度。

$$\text{NO}_3^- (\text{PPM}) = (\text{曲线上的数值}) \times (\text{稀释倍数}) \times (11.08) - (\text{PPMNO}_2^-) \times (1.348)$$

6. 注意事项:

①当换用新镉柱或显色溶液时,应制作新的标准曲线;

②按上述要求,保持试剂的新鲜和稳定;③制定使用的分光光度计的极限。

六、亚硝酸盐

1. 原理:

亚硝酸盐与格里斯试剂(由对氨基苯磺酸和 α -萘胺配制成)发生偶氮,根据偶氮形成的红色测定腌制肉中的亚硝酸盐。

首先用热水从样品中提取亚硝酸盐,并用氯化汞溶液使肉的可溶蛋白质凝固。

冷却后,将溶液稀释到500毫升,从中吸取1~10毫升与格里斯试剂显色,然后用分光光度法测定形成的颜色的强度。

2. 仪器:

①2个500毫升锥形烧瓶;②分光光度计;③2个50毫升量瓶;④移液管;⑤混合机;⑥烘箱。

3. 试剂:

①热碱水:在一个400毫升的烧瓶中加入300毫升的蒸馏水,加入0.1N氢氧化钠直至石蕊试纸显示溶液恰为碱性为止。使用前,将碱液加热近沸。

②对氨基苯磺酸溶液:溶解0.3334克对氨基苯磺酸于15毫升冰醋酸中,用水稀释到100毫升,此溶液非常稳定。

③萘胺:在15毫升冰醋酸中溶解萘胺0.1克,并用水稀释到100毫升。稳定期为2~3周。保持在棕色瓶中。

④冰醋酸。

⑤氯化汞饱和溶液。

4. 步骤:

称取20.0克的肉样放进混合器内,加入少量的热碱水充分混合,并将该混合物移入500毫升的锥形烧瓶内。用热水清洗混合器和盖数次,将所有的清洗液收集在三角瓶中。

向三角瓶中加入热碱水约300毫升,盖上塞子并放进烘箱内,在80℃下放置2小时并不时地振荡。

加入5毫升饱和氯化汞溶液,混合并冷却到室温。

将样品液全部移入500毫升容量瓶内,加水达到刻度,并摇晃均匀。

用42号瓦特曼滤纸过滤样品液,滤液收集在试管中,吸取2毫升滤液放入50毫升的容量瓶内(该容量瓶中事先加入1毫升对氨基苯磺酸和1毫升 α -萘胺试剂),然后用水稀释到50毫升,混合均匀。放置1小时后使显红色。同时制备一个仅含有试剂和水的空白样。

取少量的待测液于比色皿中,在520毫微米下测定其吸光度。用空白样品调整仪器的零吸光度。记下读数并从制好的图表或标准曲线上直接找出氮的百分含量。

标准图表的基准是:取样20克,定容至500毫升,从中吸取2毫升,再在50毫升容量瓶中显色定容,最后比色。

只要上述恒重、容积稍有偏差,就应做必要的校准。

5. 计算:

亚硝酸盐(%) = 氮(%) $\times$ 3.284。

亚硝酸钠(%) = 氮(%) $\times$ 4.921。

七、腌制肉制品的肉色素

1. 原理:

本方法的测定基础是用水/丙酮溶剂从腌制的肉制品中提取羟高铁血红素。考虑到肉样品中的水份含量用水/丙酮的提出效率按88%计算。H.C.Hornsey试验总结出了本方法的步骤与计算结果,当肉样重量和水/丙酮溶剂的比率已知时,可以定量地测出亚硝基肌色原和酸性羟高铁血色素在样品中的百万分比含量,及二者的比率。肉的腌制程度可直接用这个百分率表示。

好的或可接受的色素,一般转化成亚硝基血色原在80~90%之间。通常,总色素中有80~90%转化成亚硝基肌色原,至少应有约100PPM色素转化为亚硝基肌色原。一般地说,对所有肉制品(对牛肉制品应更多)色素发生转化,则效果非常好,有约140PPM

色素含量在很大程度上取决于用在香肠制品中原料的类型。

2. 仪器:

① 2个45毫升有盖的聚丙烯离心管; ② 1个搅拌棒, 一端较细, 便于插入离心管中; ③ 2个硼硅玻璃管, 15×90毫米; ④ 有1公分规格的比色皿的分光光度计; ⑤ 2个玻璃漏斗, 直径50毫米; ⑥ 2个玻璃表面皿, 直径50毫米。

3. 试剂:

丙酮(溶剂 I): 在200毫升的容量瓶内加入18.0毫升蒸馏水, 加化学纯丙酮至200毫升, 混合均匀。

丙酮(溶剂 II): 向4.0毫升浓盐酸中加蒸馏水至20毫升, 混合均匀。再将稀释的盐酸倒入200毫升容积的量瓶中, 加化学纯丙酮至刻度并混合。

4. 步骤:

用6号软木打孔器取肉样。准确称出2.0克并放在聚丙烯离心管内, 用移液管加9.0毫升(溶剂 II)丙酮到离心管内。用玻璃棒搅拌肉样, 使其彻底浸透(需2~3分钟)。用离心管盖塞住管子并缓缓旋转搅拌, 静置10分钟, 然后用两张42号瓦特曼纸过滤(该纸直径9公分)。滤液盛于试管中。上述操作应在非常柔和的光线下进行, 以减少提取过程中色素的褪色。

将滤液倒入1公分规格的克曼比色皿内, 在1小时内在540毫微米波长下读取光密度值, 并计算亚硝基色素的含量。

按上述要求, 准备另外1份2.0克样品, 移入另一个聚丙烯离心管内。用移液管向其中加入9.0毫升(溶剂 II)丙酮, 并用玻璃棒搅动, 使样品充分浸透(2—3分钟), 用两张42号瓦特曼滤纸需滤。过滤前静置1小时。过滤的滤液收集在另一支试管内, 在640毫微米波长下读出其光密度值, 计算出总色素含量。

5. 结果的计算:

亚硝基色素 (PPM) = (在540毫微米下) 光密度 × 290

总的色素 (PPM) = (在640毫微米下) 光密度 × 680

转化 (%) = $\frac{\text{亚硝基色素 (PPM)}}{\text{总的色素 (PPM)}} \times 100$

6. 检测限制:

本方法用的样品量已按比例缩小了, 因此, 肉样应尽可能均匀一致。取法兰克福等香肠肉制品的肉样时, 采用打孔器提取样品的中心部份, 以免带上表层的其它常用的食用色素。滤液必须清澈透明, 过滤时用两张细滤纸即可。如果所有高铁血红素能完全转化为亚硝基色素, 转化率在理论上可达到100%。

译自美国《PROCESSED MEATS》

火鸡火腿中脂肪酸的分析 及维生素 B₂ 的含量测定

中国肉类食品综合研究中心 房其年 杨 峥

火鸡目前已成为世界上许多国家喜爱的优良禽种之一。它生长快, 体形大, 瘦肉率和出肉率均高, 肉质好, 饲料转化率高。文献

报导在火鸡肉中含有丰富的B族维生素, 其脂肪中含有人体所必需的不饱和脂肪酸。并且亚麻酸 (Linolenic acid)、亚油酸 Linoleic