

肉制品中防腐剂含量的测定与改进

■ 刘士江 刘建生 (保定市疾病预防控制中心 河北 071000)

摘 要 本文介绍了一种气相色谱法测定肉制品中山梨酸、苯甲酸的方法,对现行国标法的相关色谱条件进行了改进。

关键词 水解蛋白 肉制品 苯甲酸

前言

在肉类制品中,为防止受微生物污染而腐败,常添加防腐剂来抑制微生物的增殖,以延长食品的保藏期,目前,根据我国现行食品添加剂规定^[1],在肉制品中经常使用的防腐剂有山梨酸及其钾盐。对于其他类的防腐剂如苯甲酸等则有严格的限制,国家标准不得检出。本文对现行方法食品卫生检验方法 GB/T5009.29-2003 第一法,气相色谱法^[2、3]测定防腐剂的方法进行了改进,由于干扰物质的存在及该方法技术条件的缺点,造成检验结果不准确,有时原样品中根本没有添加苯甲酸及其钠盐,检测结果却检出强阳性。本文对现行方法进行了改进,避免了假阳性的出现,使结果准确可靠。

1 材料与方法

1.1 材料:取添加植物蛋白粉的香肠数份,打碎备用

1.2 方法:样品提取,称取5.0g 经绞碎混匀的试样,置于25ml 带塞量筒中,加0.5ml 盐酸用15ml 乙醚提取两次,每次振摇1min,将上层乙醚提取液吸入另一个25ml 带塞量筒中,合并乙醚提取液。用3ml 氯化钠酸性溶液(40g/L)洗涤两次,静置15 min,用滴管将乙醚层通过无水硫酸钠滤入25ml 容量瓶中。加乙醚至刻度,混匀。准确吸取5ml 乙醚提取液于10ml 带塞刻度试管中,置40℃水浴上挥干,加1ml 石油醚-乙醚(3+1)混合溶剂,溶解残渣,备用。

1.3.1 色谱条件 色谱柱:玻璃柱,内径3mm,长驱m 内装涂以5%DEGS+1%磷酸固定液的60目~80目 Chromosorb WAW。

1.3.2 温度:进样口230℃;检测器230℃;柱温170℃。

1.3.3 改进方法的色谱条件:对于样品预处理采用

与GB/T5009.29-2003(气相色谱法)相同的方法,色谱条件却完全不同。改进方法采用FFAP30m×0.32mm×0.25μm 毛细管色谱柱进行分析,柱温采用程序升温:120℃维持2 min,50℃/min,240℃维持10 min,进样口温度240℃,检测温度240℃。H₂:40ml/min,空气:360ml/min,N₂:1.5ml/min,分流比:1:10。在该条件下山梨酸、干扰物质、苯甲酸能完全分离,它们的保留时间分别是3.892,5.112,6.385min。

2 结果与讨论

2.1 水解蛋白液(粉)含有多种氨基酸,具有很强的增鲜提味作用,在肉制品中加入该物质能显著提高口感。水解蛋白为豆饼在强酸(盐酸介质)高温(100℃以上)长时间(10个小时)的水解反应产物^[4],蛋白质水解的同时,也发生了系列副反应,其中,有某种或某些副反应产物的色谱峰保留时间与苯甲酸的色谱峰保留时间接近,或这些副反应产物和苯甲酸不能彻底分离开,按GB/T5009.29-2003 第一法气相色谱法,使用3mm×2.0m 的色谱柱,难以得到准确的分析结果。因此,在加入水解蛋白液(粉)的肉制品中,应该用改进方法测定苯甲酸。

2.2 造成国标法不适合测定加入水解蛋白的肉制品的苯甲酸的原因,在于色谱条件不合适^[5],由于国标法使用的色谱柱是2m 填充柱,柱效低,且柱温为恒温,使干扰物质色谱峰与苯甲酸的色谱峰完全重叠,造成分析结果与真实值的偏差很大或呈假阳性,在使用2m 填充柱测定这类物质时有很大的局限性,如果样品含量超标,应该用改进法进一步确认。毛细管柱具有柱效高、表面惰性强和热稳定好等特点,

在色谱分析时分离效率高。应用改进方法能够很好地将苯甲酸与其他物质分离,满足实验要求。

3 结论:改进方法分析结果准确,分析时间短,能将山梨酸、苯甲酸杂质完成分离,实验表明,GB/T5009.29-2003,第一法气相色谱法,不适用于测定添加蛋白水解液(粉)的肉制品中的苯甲酸。

参考文献

1 食品卫生国家标准汇编(5)GB 2760—1996.

2 GB/T5009.29-2003 食品卫生检验方法理化部分(一).

3 吕燕柏.气相色谱法测定食品中脱氢乙酸、山梨酸、苯甲酸含量 环境与健康杂志 1993,10:16.

4 张宏灿.豆饼酸水解制氨基酸复合液的研究 中国调味品 1998,11:59.

5 陈桂茹,刘士江.植物蛋白酸水解液中苯甲酸测定方法的改进 中国公共卫生 2003,19(9):1131.

牦牛肉行业标准即将出台

本刊讯 由内蒙古草原兴发股份有限公司、商业科技质量中心、湖南农业大学、中国肉类协会等单位起草的牦牛肉标准经过两年的研究制订,现已形成征求意见稿。此标准由中国商业联合会提出,商务部归口,国家标准化管理委员会备案。

一、目的意义

我国拥有1300多万头牦牛,是世界上饲养牦牛最多的国家,牦牛数量占全世界牦牛数量的95%以上。牦牛提供的奶等产品,分别在西藏、青海、四川等区域中占该类产品的95%、90%和70%以上,牦牛分布的区域是我国西北、西南的少数民族聚居区,是海拔3000米以上的生态脆弱区。因此,牦牛作为一种自然资源、生态资源和经济资源在西部大开发和全面建设小康社会的进程中理应发挥更大的作用。

正是因为牦牛肉独特的营养特性,许多有识之士都特别青睐这一资源优势,目前我国西部地区有各种规模的牦牛肉生产企业120多家,除内蒙古草原兴发集团、西部牦牛产业集团等外,还有许多小型企业。对众多小企业而言,一方面产品质量和屠宰技术相对落后,不能实现牦牛特有资源的充分开发;另一方面,开发档次低,经营层次低,甚至将优质的牦牛肉混同于一般的牛肉,以简单的成品向外界推广,没有形成优质优价,扰乱了市场秩序。让牦牛产业走向规模化,为西部创造更高的经济效益,迫切需要制订牦牛肉标准,这样不仅可以规范生产,提高产品质量,而且可以使牦牛肉国内外贸易有据可依。

二、国内外研究动态

食品安全是全世界关注的热门话题,食品标

准是保证食品安全的重要砝码,各国政府和研究组织也特别重视食品标准工作。由于牦牛资源主要集中在我国,国外对牦牛肉研究相对较少,我国也仅是西部少数科研院所对牦牛及其产品有研究。研究的重点主要集中在牦牛资源的调查、野生牦牛的保护、牦牛养殖及生产性能的研究上。随着国家西部大开发的展开,近5年来,青海、甘肃、四川、西藏等省区的各级政府将牦牛产业化提上了议事日程,部分科研院所也参与到牦牛产业的开发上,特别是对牦牛肉品质的改善和控制进行了大量卓有成效的工作,通过宰前育肥、宰后嫩化、肉质重构、真空收缩包装等技术的运用,大大提高了牦牛肉的品质,赢得了消费者的认可。

三、牦牛肉标准创新之处

牦牛标准的创新之处是结合牦牛肉的特点,将肌原纤维的大小作为区分牦牛肉和其他牛肉的指标纳入了标准指标体系,并规定了测定方法;引入大理石花纹的评价体系,认定牦牛肉的品质,目的是要通过优质优价倡导科学养殖,实现牦牛犊当年育成出栏,实现生态保护和牧民增收并举的目标,实现牦牛资源的合理开发和产业化可持续发展。

运用质构仪对牦牛肉的嫩度进行了分析,在一定程度上可以反映牦牛肉的食用品质,但该方法受到采样部位、样品形状和操作人员的技能等多因素的影响,且中小企业难以承受昂贵的设备费用,综合考虑未将其列入指标体系。

有意了解相关标准请与本刊联系。