

复卤前后盐水鸭老卤基本成分与安全指标变化

杜 垒¹, 谢 伟¹, 徐幸莲¹, 周光宏^{1,*}, 陶明财², 王 进²

(1.南京农业大学 肉品加工与质量控制教育部重点实验室, 江苏 南京 210095;

2.南京桂花鸭(集团)有限公司, 江苏 南京 210006)

摘 要: 对盐水鸭老卤的基本成分、安全指标及复卤前后相应的变化进行初步研究。结果发现: 测定基本成分时, 复卤后的卤水在 pH 值、水分含量、总糖含量、粗蛋白含量和灰分含量上的值高于复卤前卤水的相应值, 只是 pH 值和粗蛋白含量二者差异显著($p < 0.05$); 而食盐含量和粗脂肪含量则是复卤前的值显著高于复卤后的相应值($p < 0.05$); 在微生物总数、亚硝酸盐、硫化巴比妥酸(TBA)、过氧化值(POV)四个安全指标测定上, 发现复卤工艺对老卤的这些指标影响都不大, 且这四个安全性指标的值都远低于国家食品卫生标准中规定的相应最低含量, 安全性高。因此, 老卤非常适于盐水鸭的腌制加工。

关键词: 复卤; 老卤; 基本成分; 安全指标

Changes of Main Components of Old Brine Used in Production of Water-boiled Salted Duck and Determination of Safety Indexes before and after Rebrining

DU Lei¹, XIE Wei¹, XU Xing-lian¹, ZHOU Guang-hong^{1,*}, TAO Ming-cai², WANG Jin²

(1. Key Laboratory of Meat Processing and Quality Control, Ministry of Education, Nanjing Agricultural University, Nanjing 210095, China; 2. Guihua Duck Group, Nanjing 210006, China)

Abstract: The aim of this study was to analyze the main components, safe indexes and changes of old brine before and after rebrining. Results showed that the old brine possessed higher pH and contents of water, total sugar, crude protein and ash after rebrining while the contents of salt and crude fat before rebrining significantly decreased ($p < 0.05$). Significant differences were observed in pH and crude protein content before and after rebrining. However, no pronounced effects of rebrining were found on the safety indexes such as total microorganism count, nitrite content, TBA value and POV value. The values of the four safety indexes were far lower than their lowest limit stipulated in Chinese national food hygiene standards. Besides having no adverse effects on health, old brine is therefore very favorable to the characteristic flavour of water-boiled salted duck.

Key words: rebrining; old brine; main components; safety indexes

中图分类号: TS201.6

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2009)13-0101-04

盐水鸭是南京特产之一, 食之清淡而有咸味, 肥而不腻, 具有香、酥、嫩的特色。盐水鸭的腌制加工过程是干腌与复卤相结合的过程。这里所说的复卤就是指用盐水鸭的老卤对鸭子进行干腌后的湿腌过程。盐水鸭老卤是一种高渗透压的饱和盐水溶液, 有新卤和老卤之分; 新卤即是不饱和浓度的盐水加香辛料如葱、姜、八角等经煮制而成; 老卤则是指经反复复卤后所产生的卤汁煮制而成^[1]。理论上来说, 随着复卤次数的增加, 原料鸭中的可溶性物质越来越多地溶解在卤汁中, 产品的风味就越浓厚。盐水鸭加工极为强调老卤的质

量, 认为老卤愈老愈好, 常将百年老卤视为珍品。

老卤对于生产盐水鸭至关重要, 其好与坏大大影响了南京盐水鸭的风味品质。但是目前国内外对于肉制品卤汁成分分析的研究并不多, 单对于盐水鸭老卤的研究就少之又少^[2]。本实验对影响南京盐水鸭加工的老卤的基本成分与相应的安全指标进行测定, 并检测老卤在复卤前后基本成分的变化, 以期通过分析初步得到关于老卤的所有价值资料。

1 材料与方法

收稿日期: 2008-09-25

基金项目: “十一五” 国家科技支撑计划项目(2006BAD05A03)

作者简介: 杜垒(1979—), 男, 博士研究生, 主要从事肉品加工与质量控制研究。E-mail: leid79@sina.com

* 通讯作者: 周光宏(1960—), 男, 教授, 博士, 主要从事肉品加工与质量控制研究。E-mail: ghzhou@njau.edu.cn

1.1 材料

老卤 南京桂花鸭集团。采集复卤前所用的老卤本实验称作1号卤,然后再用其进行鸭子的复卤,之后的老卤称作2号卤。

复卤方法:将干腌后的鸭子浸泡入老卤中,2~4h后捞出鸭子,沥干水分即可完成。鸭子与卤水的比例35:100(m/m)。

1.2 方法

1.2.1 基本成分分析

水分含量:按照ISO1442:1997(E)的方法进行水分含量的测定^[3];灰分含量:按照GB T 9695.18—1988的方法进行测定^[4];pH值的测定:按照ISO 2917:1999的方法用HI92240(HANNA instruments, Portugal)进行测定^[5];盐分含量:按照ISO 1814-1:1996的方法进行测定^[6];蛋白含量:按照ISO 937:1978的微量凯氏定氮法进行测定^[7];脂肪含量:按照ISO 1443:1973中的索氏抽提法进行测定^[8]。

1.2.2 老卤卫生指标的测定

1.2.2.1 老卤的微生物指标测定

首先进行培养基的制备与细菌鉴定。

选用PCA培养基进行细菌总数的分离与鉴定,PCA培养基的制备与菌落总数的测定参照GB4789.2—2003^[9]。

选用MRS培养基进行乳酸菌的分离与鉴定,MRS培养基的制备参照GB4789.28—1995^[10]。

选用VRBD培养基进行肠杆菌的分离与鉴定,VRBD培养基的制备参照GB4789.2—2003^[9]。

无菌制备以上各培养基平板,然后无菌接种0.1ml老卤,涂布后在30℃恒温培养箱中进行培养48h,记录微生物生长情况。

1.2.2.2 老卤亚硝酸盐的测定

按照GB/T 5009.3—2003进行老卤中亚硝酸盐的测定^[11]。

1.2.2.3 老卤硫代巴比妥酸(TBA)值测定

采用Lo Fiego^[12]及Du等^[13]的方法并作部分修改:取10ml左右老卤,于离心管中,加入25ml 20%的三醋酸纤维素(TCA),静置1h,之后2000×g离心10min,过滤后用双蒸水定容至50ml。取2ml滤液放入离心管中,加入2ml TBA(0.02mol/L),并沸水浴20min,然后用流水冷却5min,于532nm波长处测定吸光度。同时做空白实验:取25ml TCA用双蒸水定容至50ml,然后取2ml滤液加2ml TBA,进行沸水浴20min,流水冷却5min,于532nm波长处测吸光度。

硫化巴比妥酸反应产物(TBARS)值用每千克丙二醛(MDA)毫克数表示,采用标准品按上述操作做标准

曲线。

1.2.2.4 老卤的过氧化值(POV)测定

采用赵梅的方法^[14]:取老卤1ml(准确称重)加入干燥的50ml比色管中,加入2.5ml氯仿-冰乙酸(40:60, V/V),再加入0.25ml的饱和碘化钾溶液(取14g碘化钾,加10ml水溶解,贮存于棕色瓶中于暗处备用),轻轻摇匀,置于暗处反应3min,取出后立即加水稀释至刻度,摇匀,静置5min,待分层后取上层清液于535nm波长处测其吸光度。

用I2标准溶液制作工作曲线:配成 3.20×10^{-2} mol/L的储备液,用时稀释10倍为标准溶液 3.20×10^{-3} mol/L。先于一系列50ml比色管加入2.5ml氯仿-冰乙酸(40:60, V/V),再分别加入I2标准溶液0、0.1、0.15、0.2、0.25、0.3、0.4、0.5ml,摇匀,然后各加入浓度为10g/L的淀粉指示剂0.5ml(取0.5g淀粉,用水混匀,加热水至50ml并煮沸),加水稀释至刻度,塞进瓶塞,轻轻摇匀,静置5min,待分层后取上层清液于535nm波长处测其吸光度。根据其对应的浓度,绘制工作曲线。

计算:

$$X_1 = m/m_1 \times 10$$

$$X_2 = X_1 \times 78.8$$

式中: X_1 为样品的过氧化值(g/100g); X_2 为样品过氧化值(meq/kg); m 为样品吸光度对应的碘的质量(mg); m_1 为样品的质量(g);78.8为换算因子。

测定以上指标时,同一样品进行2次测定,取平均值,结果保留2位小数。

1.3 数据统计分析

利用SAS9.0分析软件进行统计分析,进行t-检验,差异显著性水平($p < 0.05$)。

2 结果与分析

2.1 复卤前后盐水鸭老卤基本成分的变化

表1 复卤前后盐水鸭老卤基本成分变化($\bar{x} \pm s$)

Table 1 Changes of main components of old brine before and after rebrining ($\bar{x} \pm s$)

基本成分	1号卤	2号卤
水分含量(%)	68.12 ± 5.52	74.21 ± 0.66
灰分含量(%)	23.77 ± 2.93	25.60 ± 3.30
pH	6.17 ± 0.01 ^a	6.30 ± 0.01 ^b
食盐含量(%)	31.76 ± 0.32 ^a	26.01 ± 0.16 ^b
总糖含量(%)	0.09 ± 0.01	0.10 ± 0.00
粗脂肪含量(%)	1.81 ± 0.41 ^a	0.49 ± 0.05 ^b
粗蛋白含量(mg/ml)	4.79 ± 0.33 ^a	7.02 ± 0.20 ^b

注:每行上标不同小写字母者差异显著($p < 0.05$)。下同。

由表1可见,在水分含量、灰分含量、总糖含量

上两个卤水基本没多大差异,而在pH值、粗蛋白含量、食盐含量和粗脂肪含量上两种卤水的差异显著($p < 0.05$)。可以看出,老卤在复卤前后其基本成分发生了较大变化。

2.2 老卤卫生指标的测定结果

2.2.1 老卤中微生物指标的测定结果

表2 复卤前后盐水鸭老卤中微生物指标检测结果($\bar{x} \pm s$)

Table 2 Changes of total microorganism count in old brine before and after rebrining ($\bar{x} \pm s$)

培养基	微生物数(CFU/g)	
	1号卤	2号卤
PCA	780.00 $\pm$ 207.85	800.00 $\pm$ 282.84
MRS	53.33 $\pm$ 11.55 ^a	365.00 $\pm$ 134.04 ^b
VRBD	13.33 $\pm$ 5.77	25.00 $\pm$ 7.07

由表2可见,PCA、MRS、VRBD培养基上2号老卤的微生物总数都高于1号老卤的微生物总数,但是在MRS培养基上2号卤的菌落数显著高于1号卤($p < 0.05$)。在MRS、VRBD培养基中有菌落出现,说明老卤中的微生物包括乳酸菌和肠杆菌,但是微生物数量都不是很多,没有超过安全限度^[15]。

2.2.2 老卤亚硝酸盐的测定结果

表3 复卤前后盐水鸭老卤中的亚硝酸盐含量($\bar{x} \pm s$)

Table 3 Changes of sodium nitrite content in old brine during process of rebrining ($\bar{x} \pm s$)

	1号卤	2号卤
含量(mg/kg)	0.0084 $\pm$ 0.00	0.0077 $\pm$ 0.00

由表3可见,1、2号老卤中的亚硝酸盐含量都非常低,小于0.01mg/kg,远远低于国家标准中规定的最低含量2mg/kg^[16]。1号卤和2号卤在亚硝酸盐含量上二者差异不显著($p > 0.05$)。

2.2.3 老卤TBA值和POV值的测定结果

表4 复卤前后盐水鸭老卤的TBA值和POV值测定结果($\bar{x} \pm s$)

Table 4 Changes of values of TBA and POV in old brine before and after rebrining ($\bar{x} \pm s$)

	1号卤	2号卤
TBA值(μ g/ml)	0.17 $\pm$ 0.02 ^a	0.45 $\pm$ 0.03 ^b
POV值(meq/kg)	1.29 $\pm$ 0.01 ^a	3.44 $\pm$ 0.66 ^b

由表4可见,两种卤的TBA值都不高,但是2号卤的TBA值显著高于1号卤($p < 0.05$)。而对于POV值来说,二者的值也不高,但是2号卤的POV值显著高于1号卤($p < 0.05$)。

3 讨论

3.1 复卤前后盐水鸭老卤基本成分含量的变化

老卤的含水量约为60%~80%,在复卤前后老卤的含水量变化不大,差异不显著。

老卤的灰分含量较多,其中1号卤为23.77%,2号卤为25.60%,二者之间差异不大。但是两种卤水的灰分含量异常高,这是由于老卤在腌制过程中食盐、葱、姜、八角等的加入以及肉中可溶性物质的渗出导致的。但是,2号卤的灰分含量高于1号卤,这是因为2号卤是复卤后的卤水,复卤过程中鸭肉会渗出风味物质,导致2号卤高于1号卤。

老卤的pH值大致为6.16~6.30,而复卤后老卤的pH值要显著高于复卤前,这可能是由于复卤后老卤进行热处理,破坏稳定蛋白质结构的化学键,如氢键、疏水作用等,使蛋白质的立体结构遭受破坏,导致蛋白质构象的变化,使蛋白质肽链中酸性基团受到包埋造成的,或者由于氨基酸等含氮物质分解,产生挥发性碱性含氮物,会使pH值上升。

在食盐含量测定上,1号卤的食盐含量为31.76%,2号卤的食盐含量为26.01%。这两种老卤的食盐含量基本上接近或达到饱和溶液时的食盐含量(30℃时食盐的溶解度是32~33g)。但是1号卤的食盐含量要显著高于2号卤($p < 0.05$),这是由于复卤时卤水中的盐分渗入到鸭体内,并且每次复卤结束后,老卤都要进行煮制,在煮制时会加入一些盐。这些都导致了2号卤的食盐含量低于1号卤。

在测定糖分时发现老卤中糖分含量非常低,卤水中的糖分主要有还原糖和非还原糖类,1、2号卤都不超过总量的0.1%。但2号卤的总糖含量高于1号卤,差异并不显著($p > 0.05$)。2号卤之所以高于1号卤是因为2号卤是复卤后的卤水,复卤时鸭肉中的可溶性的糖分会渗入到卤水中,造成2号卤糖分增加。

在测定粗脂肪时,得到1号卤的粗脂肪含量为1.81%,2号卤含量为0.49%,1号卤含量显著高于2号卤($p < 0.05$)。这些脂肪都是老卤在反复使用中由鸭的血水和鸭体本身渗入到老卤中的。老卤中的脂肪较低,但是脂肪中的磷脂和游离脂肪酸是形成风味主要的前体物质,脂肪酸容易发生氧化反应,生成相应的醛、酮、酸、酯、烷烃类物质。因此,粗脂肪含量高,则风味相对就越浓厚。

在蛋白质含量上,1号卤的粗蛋白含量为4.79%,2号卤含量为7.02%,1号卤显著低于2号卤($p < 0.05$),这是因为2号卤是复卤过的卤水,复卤时鸭体中的可溶性蛋白质渗入到老卤中,造成2号卤的粗蛋白含量显著高于1号卤。盐水鸭老卤中的蛋白质主要是从鸭体中渗

出的可溶性的蛋白质,如肌球蛋白、肌动球蛋白、肌浆蛋白等,这些蛋白质降解产生的氨基酸等物质都是风味物质,因此,蛋白质的含量也会对老卤的风味造成一定影响。

3.2 老卤卫生指标测定

通常2号卤在用完后要进行煮制,形成1号卤,煮制会杀死绝大多数的微生物,刚煮制过的老卤应该是无菌的。但是本实验中1、2号卤中都存在微生物,这可能是由于2号卤煮制形成1号卤后,该卤水并没有被直接利用,而是放置一夜后再用,因此,空气中的微生物就会进入老卤中生长繁殖。另外,本实验没有制备其他类的培养基,只选了MRS和VRBD,并不能说老卤中就不存在其他类的微生物,其他类的微生物还有待于进一步研究鉴定。

老卤在长期腌制过程中可能会因为肉中的脂质发生氧化,引起抗氧化性降低、自由基活性增强、POV值增加、TBA值增加等,从而对人体产生危害。

TBA值和POV值是测定脂质氧化程度的两个常用检测指标。本实验对老卤的TBA值及POV值进行检测,发现这些值都非常低,远远低于国家安全食用标准。但是就TBA值和POV值,2号卤都显著地高于1号卤($p < 0.05$)。这可能是由于2号卤是腌制过的卤,在腌制过程中肉中的脂质发生了一些氧化反应造成的。

总之,对1、2号老卤分别进行上述四个指标的安全性检测,发现两种老卤的这四种指标相应的值都较低,安全性较高,对人体健康无影响。因此,老卤非常适于盐水鸭的腌制加工。

4 结 论

盐水鸭老卤是影响盐水鸭风味的重要因素之一。本实验通过对老卤的基本成分以及在复卤前后的这些成分的变化进行的测定,结果发现复卤前后老卤的基本成分有较大变化;在pH值、水分含量、总糖含量、粗蛋白含量和灰分含量上复卤后的卤水的值高于复卤前卤水的相应值,只是在pH值和粗蛋白含量上前后期差异显著

($p < 0.05$);在食盐含量和粗脂肪含量上复卤前的卤水高于复卤后的卤水。在微生物总数、亚硝酸盐、TBA值、POV值四个安全指标测定上,发现复卤工艺对老卤的这些指标影响都不大,且这四个安全性指标的值都远低于国家食品卫生标准中规定的相应最低含量,安全性高。因此,老卤非常适于盐水鸭的腌制加工。

本实验通过对盐水鸭老卤进行基本成分、安全指标测定和风味物质测定,可以为盐水鸭老卤的工业化生产提供有价值的资料。

参考文献:

- [1] 郑坚强,司俊玲,马偲珍. 盐水鸭、酱鸭和烤鸭制作工艺的研究[J]. 肉类研究, 2003(9): 13-15.
- [2] 张李阳,陆利霞,熊强. 盐水鸭生产中老卤成分及风味物质初步分析[J]. 中国调味品, 2007, 7(7): 62-64.
- [3] ISO 1842:1997(E). Meat and meat products: Determination of moisture content[S]. 1997.
- [4] ISO 936:1978(E). Meat and meat products: Determination of ash content[S]. 1978.
- [5] ISO 2917:1999(E). Meat and meat products: Measurement of pH-Reference method[S]. 2th ed, 1999.
- [6] ISO 1841-1:1996(E). Meat and meat products: Determination of chloride content[S]. 1996.
- [7] ISO 937:1978(E). Meat and meat products: Determination of nitrogen content[S]. 1978.
- [8] ISO 1443:1973(E). Meat and meat products-Measurement of total fat content[S]. 1973.
- [9] GB4789.2—2003 食品卫生微生物学检验菌落总数测定[S]. 2003.
- [10] GB4789.28—1995 食品卫生检验方法微生物学部分[S]. 1995.
- [11] GB/T 5009.3—2003 食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定[S]. 2003.
- [12] LO FIEGO D P, SANTORO P, MACCHIONI P, et al. The effect of dietary supplementation of vitamins C and E on the α -tocopherol content of muscles, liver and kidney, on the stability of lipids, and on certain meat quality parameters of the longissimus dorsi of rabbits[J]. Meat Science, 2004, 67(2): 319-327.
- [13] DU M, NAM K C, HUR S J, et al. Effect of dietary conjugated linoleic acid, irradiation, and packaging conditions on the quality characteristic of raw broiler breast fillets[J]. Meat Science, 2002, 60(1): 9-15.
- [14] 赵梅,赵立慧,程瑞. 分光光度法测定油脂氧化物的过氧化值[J]. 中国皮革, 2006, 35(11): 39-40.
- [15] GB 2726—2005 熟肉制品卫生标准[S]. 2005.
- [16] GB 15198—14 食品中亚硝酸盐限量卫生标准[S]. 1994.