

肉类食品 常规检验方法

国家肉类食品质量监督检验测试中心

裴显庆 王津生 主编

北京大学出版社



肉类食品常规检验方法

国家肉类食品质量监督检验测试中心

裴显庆 王津生 主编

深圳喜上喜肉品加工厂资助出版

北京大学出版社
北 京

新登字(京)159 号

内 容 提 要

本书分四章介绍肉类食品的常规检测方法。第一章为无机化学分析,主要叙述水分、灰分、盐分、钙、磷、铁、铜、锌、硒、镁、pH 值、亚硝酸盐及硝酸盐、水分活度等测定方法。第二章为有机化学分析,主要叙述蛋白质、淀粉、糖、脂肪、氨基酸、羟脯氨酸、脂肪酸、维生素、山梨酸、苯甲酸、胆固醇、六六六、DDT 等分析方法。第三章为微生物检验方法,其中包括菌落总数、大肠菌群、葡萄球菌、沙门氏菌、产气荚膜梭菌、蜡样芽胞杆菌、李斯特菌、小肠结肠炎耶尔森氏菌等检验方法。第四章主要介绍化学实验室和微生物实验室的实验基础知识。

本书介绍的各种检测方法主要是为肉类食品加工厂的检验实验室和肉类食品检测部门而设计的,对其他食品的检验也有重要的参考价值。

书 名: 肉类食品常规检验方法

著作责任者: 裴显庆、王津生 主编

责任编辑: 李宝屏

标准书号: ISBN 7-301-02643-9/O · 344

出 版 者: 北京大学出版社

地 址: 北京市海淀区中关村北京大学校内 100871

电 话: 出版社 2502015 发行部 2559712 编辑部 2502032

排 印 者: 北京大学印刷厂

发 行 者: 北京大学出版社

经 销 者: 新华书店

787×1092 毫米 32 开本 8.625 印张 180 千字

1995 年 2 月第一版 1995 年 2 月第一次印刷

定 价: 11.00 元

序 言

本书是由国家肉类食品质量监督检验测试中心的主要检验人员积十余年检验工作的实践经验编写而成。书中汇集了国内外肉禽蛋及其制品质量检验新技术、新方法,其中大部分检验方法来源于 ISO 分析方法、AOAC 分析及日本食品分析方法。书中还介绍了一些国外的先进技术,如李斯特菌检验方法;并结合我国实际情况,采用国内器材,注意可操作性;对具体检验操作步骤及注意事项进行了详细补充及说明,为读者快速、准确地掌握各项检验方法提供了便利条件。

分析样品的前处理是决定分析精度、灵敏度、速度、时间等的重要因素。肉禽蛋食品的前处理存在着难度大、干扰因素多、操作繁琐的特点。本书根据肉品种类、待测项目、特定的分析方法及目的,详尽地介绍了适用于各种检验项目的实用前处理方法。

在编写过程中本着科学性与实用性相结合的原则,力求方法的规范化,以供从事肉品质量检验的同行们参考使用。

参加本书编写工作的有:赵榕、冯晓红、李气清、裴显庆、王津生、张燕婉、蒲健、鲁红军、郭文萍、焦烨、赵森林、牛景金、刘爱萍、陈淑敏。

本书由国家肉类食品质量监督检验测试中心副主任、高级工程师牛景金、李气清审阅。由于编写时间紧迫,水平有限,缺点和错误在所难免,敬请批评指正。

牛景金

目 录

第一章 无机化学分析方法	(1)
1. 水分含量的测定方法	(2)
2. 灰分含量的测定方法	(5)
3. 氯化钠含量的测定方法	(9)
4. 钙含量的测定方法	(14)
5. 钙含量的测定方法(原子吸收法)	(17)
6. 总磷含量的测定方法(重量法)	(19)
7. 总磷含量的测定方法(容量法)	(21)
8. 铁含量的测定方法	(24)
9. 铁含量的测定方法(原子吸收法)	(26)
10. 铜含量的测定方法	(28)
11. 硒含量的测定方法	(31)
12. 锌含量的测定方法	(34)
13. 镁含量的测定方法	(37)
14. pH 值的测定方法	(40)
15-1. 水分活度的测定方法	(42)
15-2. 水分活度的仪器测定法	(45)
16. 汞含量的测定方法	(47)
17. 硝酸盐和亚硝酸盐含量的测定方法	(50)
第二章 有机化学分析方法	(55)
18. 蛋白质含量的测定方法	(55)
19. 淀粉含量的测定方法	(60)
20. 淀粉和还原糖含量的测定方法(高锰	

	酸钾法).....	(64)
21.	总糖含量的测定方法	(74)
22.	游离脂肪含量的测定方法	(76)
23.	粗脂肪含量的快速测定方法	(78)
24.	氨基酸含量的测定方法(离子交换 色谱法).....	(80)
25.	脂肪酸含量的测定方法	(84)
26.	羟脯氨酸含量的测定方法	(87)
27.	磷脂含量的测定方法	(90)
28.	维生素 A 含量的测定方法	(92)
29.	维生素 B ₁ 含量的测定方法	(95)
30.	维生素 B ₂ 含量的测定方法	(99)
31.	维生素 C 含量的测定方法	(101)
32.	维生素 PP 含量的测定方法	(103)
33.	维生素 E 含量的测定方法	(106)
34.	肉制品中豆粉及浓缩大豆蛋白含量的 测定方法.....	(109)
35.	聚磷酸盐的测定方法.....	(112)
36.	葡萄糖酸- δ -内酯含量的测定方法	(115)
37.	四环素残留量的检测方法.....	(118)
38.	邻苯二甲酸酯类(增塑剂)的测定方法.....	(123)
39.	苯甲酸和山梨酸含量的测定方法.....	(129)
40.	酸价的测定方法.....	(131)
41.	过氧化值的测定方法.....	(133)
42.	胆固醇含量的测定方法.....	(135)
43.	三甲胺-氮的测定方法	(138)

44.	六六六、滴滴涕残留量的测定方法	(141)
45.	有机磷农药残留量的测定方法	(144)
第三章	微生物检验方法	(147)
46.	菌落总数的检验方法	(150)
47.	大肠菌群的检验方法	(155)
48.	志贺氏菌的检验方法	(163)
49.	金黄色葡萄球菌的检验方法	(167)
50.	沙门氏菌的检验方法	(172)
51.	产气荚膜梭菌的检验方法	(177)
52.	蜡样芽胞杆菌的检验方法	(181)
53.	李斯特菌属的检验方法	(187)
54.	小肠结肠炎耶尔森氏菌的检验方法	(192)
55.	溶血性链球菌的检验方法	(196)
第四章	实验室基础知识	(200)
4-1.	感官检验	(200)
4-2.	化学实验室基础知识	(203)
4-3.	微生物学实验室基础知识	(228)
附录	微生物实验培养基及试剂配制	(233)
	主要参考资料	(265)

第一章 无机化学分析方法

肉类食品中水分、盐分、灰分、钙、磷、铁、铜、锌、硒、镁、水分活度、亚硝酸盐及硝酸盐等是常规检测项目。有的在肉类食品中起着非常重要的作用。例如：水分含量多少，在肉类食品中不仅仅用来衡量其保存时间的长短，而且对肉制品的嫩度起着很大的作用。目前通过测定肉类食品中的水分活度值，来判断微生物在肉类食品中的生长情况，经调整水分活度，使微生物延缓生长发育，从而达到保鲜的目的，延长货架期。肉类食品中的无机元素对人体健康是非常有利的，有的是生物酶的组成部分，参与人体内的生物化学变化。铜、锌、硒都是人体内不可缺少的微量元素。亚硝酸盐和硝酸盐在肉类食品加工过程中是不可缺少的辅料。作为发色剂，在肉类食品加工过程中亚硝酸盐用得较多，硝酸盐用得较少。亚硝酸盐和硝酸盐在肉的腌制过程中同肌红蛋白结合，生成的复合物能使肉制品保持原有的颜色。亚硝酸盐还能同食盐一块起抗菌作用。不过亚硝酸盐和硝酸盐也能够同肉类食品中的仲胺盐、叔胺盐生成致癌物质——亚硝胺类。因而国内外对亚硝酸盐和硝酸盐的用量都有明确的规定，限制添加量和残留量，将其控制在允许范围之内。

1. 水分含量的测定方法

水分是肉食品的重要组成部分之一,肉食品中的水分包括游离水和结合水,前者附在食物表面,容易分离;而后者与其他成分紧密结合,不易除去。如果无限制地延长烘烤时间,又将使食物变质,影响分析结果。

水分的分析方法很多,通常有加热干燥法、蒸馏法、卡尔·费休法、电测法、近红外分光光度法等等,其中加热干燥法是多年来各国普遍采用的水分分析法。加热干燥法又分为直接干燥法和减压干燥法,前者适用于普通肉与肉制品中水分的测定,而后者则适用于脂肪含量较高的肉食品。下面就这两种方法分别加以介绍。

(一) 直接干燥法

1. 原理

样品与海砂和乙醇充分混合后,在水浴上蒸干,然后在 $103 \pm 2^\circ\text{C}$ 的温度下烘干至恒重,损失的质量即为水分。

2. 试剂

所用试剂均为分析纯,所用水为蒸馏水或相当纯度的水。

(1) 盐酸(6 mol/l)。

(2) 氢氧化钠溶液(6 mol/l):称取 24 g 氢氧化钠,加水溶解并稀释至 100 ml。

(3) 砂(砂粒在 12—60 目之间):用自来水洗砂后,用 6 mol/l 盐酸煮沸 0.5 小时,不断搅拌,用水洗至中性,再用 6 mol/l 的氢氧化钠溶液煮沸 0.5 小时,用水洗至中性,在

105℃下烘干后,贮存于密封瓶内备用。

(4) 乙醇: 95%。

3. 仪器和设备

(1) 实验室常规设备。

(2) 称量瓶: 直径大于 60 mm, 高约 30 mm。

4. 分析步骤

(1) 称量瓶的恒重: 将盛有砂粒(重量为样品重的 3—4 倍)、玻璃棒的称量瓶置于 $103 \pm 2^\circ\text{C}$ 的干燥箱中, 瓶盖斜支于瓶边, 加热 0.5 小时, 取出盖好, 置于干燥器中, 冷却至室温, 精确称量至 0.001 g, 并重复干燥, 直至前后两次称量差不超过 0.001 g。

(2) 试样分析: 精确称取试样 3—5 g 于上述恒重的称量瓶中。

根据试样的量加入乙醇 5—10 ml, 用玻璃棒混合后, 将称量瓶及内含物置于水浴上, 瓶盖斜支于瓶边。调节水浴温度在 70°C 左右, 以防颗粒进出。不断搅拌, 将乙醇蒸干。

将称量瓶及内含物移入干燥箱中烘干 2 小时, 取出, 放入干燥器中冷却至室温, 精确称重, 再放入干燥箱中烘干 1 小时, 直至连续两次称重结果之差不超过 0.001 g。

5. 分析结果的计算

$$x = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100$$

式中, x ——样品中的水分含量, %; m_0 ——称量瓶、玻璃棒和砂的质量, g; m_1 ——干燥前试样、称量瓶、玻璃棒和砂的质量, g; m_2 ——干燥后试样、称量瓶、玻璃棒和砂的质量, g。

(二) 减压干燥法

1. 原理

利用真空烘箱中的低压,使样品水分在低于 100℃ 的温度下挥发,根据样品减轻的质量,计算出样品的水分含量。

2. 仪器和设备

- (1) 真空电烘箱。
- (2) 抽气泵。
- (3) 安全瓶。
- (4) 硬质胶管。
- (5) 称量瓶。

3. 分析步骤

精确称取 3—5 g 样品于已知恒重的称量瓶中,放入真空电烘箱中,关紧箱门,将干燥箱连接抽气泵,抽出干燥箱内的空气至所需的压力(一般为 $4-5 \times 10^4$ Pa),并加热至所需温度(50—60℃)。关闭通往抽气泵上的活塞,停止抽气,使干燥箱内保持一定的温度和压力,在此条件下烘 2 小时。打开活塞,使空气经干燥装置缓缓通入干燥箱内,待压力正常后,打开箱门。取出称量瓶,放入干燥器中冷却至室温,称量。重复以上操作至前后两次称量差不超过 0.001 g。

4. 分析结果的计算

$$x = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100$$

式中, x ——样品中的水分含量, %; m_0 ——称量瓶的质量, g; m_1 ——干燥前试样和称量瓶的质量, g; m_2 ——干燥后试样和称量瓶的质量, g。

2. 灰分含量的测定方法

灰分是肉与肉制品在规定温度下灼烧后所留下的残渣，可将其视为食品中无机物质（又称矿物质、无机盐）的总量。灰分的测定方法很多，归结起来有两大类，即直接灰化法和添加助灰剂法，这两类方法均采用马福炉灼烧。灰化温度一般规定为 525—600℃ 或 550—600℃。

下边介绍两种适用于肉与肉制品灰分的测定方法——直接灰化法和乙酸镁灰化法。

（一）直接灰化法

1. 原理

将试样置于瓷坩埚中，通过灼烧去除有机物，残留的无机物质量即为灰分。

2. 试剂

本法中所用水为蒸馏水或相当纯度的水。

3. 仪器和设备

（1）实验室常规设备。

（2）绞肉机：孔径不超过 4 mm。

（3）瓷坩埚：容量为 40 ml。

4. 分析步骤

（1）试样预处理：取有代表性的试样 200 g，将样品于绞肉机里均质化两次，混匀，然后装入密封的容器里，为防止变质和成分变化，样品应尽快进行分析。

（2）坩埚恒重：将坩埚置于 525℃ 的马福炉中灼烧 30 分

钟,待炉温降至 200℃以下取出,放入干燥器冷至室温,精确称至 0.001 g。重复上述操作,直至连续两次称重之差不超过 1 mg。

(3) 分析:称取试样 3—5g,精确至 0.001 g,置于事先恒重的瓷坩埚中,放在电炉或煤气炉上缓慢加热,使试样充分炭化至无烟。将炭化好的试样放入已达到规定温度的马福炉中灼烧至灰分呈灰白色(约需 4 小时),待炉温降至 200℃以下时,将瓷坩埚取出,放入干燥器中冷却至室温,称量。重复灼烧至恒重。

有些肉制品,特别是鲜肉,在灰分中夹杂一些碳粒,不能完全被灰化,可在残灰中加入适量蒸馏水使之溶解,使包裹在灰分中的炭粒暴露出来,然后在 100℃左右的电热板上或烘箱内蒸发干涸,再以规定的温度进行灰化,重复灼烧至恒重。

如果按以上程序灰化后仍残留较大炭粒,可以在瓷坩埚放冷后用热水将残灰浸湿,再用玻璃棒将炭块捣碎,加 10 ml 左右的热热水,充分搅拌提取可溶物。用 9 cm 定量滤纸,用倾析法过滤,将滤液集中到 50 ml 烧杯中,瓷坩埚中再次加入少量热水,同样过滤,将残渣和滤纸移入原坩埚中,将坩埚干燥后,以规定温度灰化。灰化后冷却,将烧杯中的滤液和洗涤漏斗用的洗液倒入坩埚中,用少量水洗涤烧杯,洗液也倒入坩埚中,坩埚经干燥后,以规定的温度灰化灼烧至恒重。

5. 分析结果的计算

$$x = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100$$

式中, x ——样品中的灰分含量, %; m_0 ——瓷坩埚的质量, g; m_1 ——瓷坩埚和试样的总质量, g; m_2 ——瓷坩埚和灰分

的总质量, g。

6. 注意事项

(1) 样品灰化之前, 必须在电炉上或煤气炉上先将样品炭化, 以防灰化时样品中油分溢出, 炭化完全的标志是样品不再冒烟。

(2) 灰化到恒重或呈灰白色的时间因试样不同而异, 一般可在灰化 4 小时左右观察一次残灰的颜色, 确定达到恒重的标准。

(3) 某些肉制品往往盐类含量高, 蒸发干涸时, 溶液有可能会溅出, 应避免温度过高。

(二) 乙酸镁灰化法

1. 原理

把乙酸镁溶液加入试样中, 于 550—600℃ 下灼烧去除有机物, 残留的无机物的质量扣除由于添加乙酸镁而产生的氧化镁的质量, 即为灰分。

2. 试剂

(1) 乙酸镁(分析纯, 15% 溶液): 将无水乙酸镁 15 g 或四水乙酸镁 25 g 溶解于蒸馏水中, 稀释至 100 ml。

(2) 所用水为蒸馏水或相当纯度的水。

3. 仪器和设备

(1) 实验室常规设备。

(2) 绞肉机: 孔径不超过 4 mm。

(3) 瓷坩埚: 容量为 40 ml。

4. 分析步骤

(1) 试样预处理: 同直接灰化法。

(2) 坩埚恒重:同直接灰化法。

(3) 分析:称取 3—5 g 试样于坩埚中,精确至 0.001 g,精密吸取乙酸镁溶液 1 ml,将其均匀滴加在试样上,将坩埚置于电热板上或烘箱中干燥,再于电炉或煤气炉上缓慢加热,使试样充分炭化至无烟,然后将坩埚移入控温于 550—600 °C 的马福炉内,灰化完全,至少需 30 分钟。待炉温降至 200 °C 以下,放入干燥器内,冷至室温,精确称量至 0.001 g。如果灰分中含有黑色碳粒,则将坩埚重新放入马福炉中,重复上面操作过程,使得连续称量之差不超过 1 mg。

将 1 ml 乙酸镁溶液按上述分析步骤,测定此溶液所产生的氧化镁质量。

5. 分析结果的计算

$$x = \frac{m_3 - m_1 - m_0}{m_2 - m_1} \times 100$$

式中, m_0 ——加入乙酸镁而生成的氧化镁的质量, g;
 m_1 ——坩埚的质量, g; m_2 ——坩埚和试样的总质量, g;
 m_3 ——坩埚和灰分的总质量, g; x ——样品中灰分的含量, %。

3. 氯化钠含量的测定方法

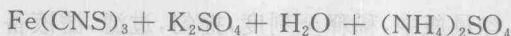
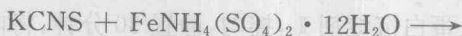
氯化钠又称食盐,是加工肉制品必不可少的辅料。它既能起腌渍、脱水、抑制微生物繁殖、增加耐保藏性的作用,又能对肉制品起调味、增加肉的粘着性等作用。但过量的食盐会使肉质变硬,导致肉的颜色恶化。

目前,测定氯化钠含量主要采用硫氰酸钾滴定法和铬酸钾指示剂容量法。

(一) 硫氰酸钾滴定法

1. 原理

用热水抽提样品中的氯化物,沉淀蛋白质,过滤后在滤液中加入过量的硝酸银,用硫氰酸钾标准溶液滴定过量的硝酸银,以硫酸铁铵为指示剂,反应式如下:



根据硫氰酸钾标准溶液的消耗量,计算出氯化物的含量。

2. 试剂

所用水为蒸馏水或相当纯度的水,所用试剂均为分析纯。

(1) 硝基苯。

(2) 硝酸。

(3) 冰乙酸。

(4) 蛋白沉淀剂:

沉淀剂 I：将 106 g 亚铁氰化钾溶于水中，并稀释至 1000 ml。

沉淀剂 II：将 220 g 乙酸锌溶于水中，加入冰乙酸 30 ml，用水稀释至 1000 ml。

(5) 硫酸铁铵饱和溶液。

(6) 硝酸银(0.1000 mol/l 标准溶液)：将硝酸银在 150℃ 下干燥 2 小时，冷却后称取 17 g 溶于水中，用水稀释至 1000 ml。使用前用基准 NaCl 标定其浓度。

(7) 硫氰酸钾(0.1000 mol/l 标准溶液)：将 9.7 g 硫氰酸钾溶于水中，用水稀释至 1000 ml。

使用前用硝酸银标准溶液标定其浓度。

3. 仪器和设备

实验室常规设备。

4. 分析步骤

(1) 试样前处理：称取处理好的均匀试样 10 g 于三角瓶中，精确至 0.001 g。加入热水 100 ml，在沸水浴中加热 15 分钟，不时摇动三角瓶。取出，冷至室温，加入蛋白沉淀剂 I，摇匀后再加入蛋白沉淀剂 II，摇匀，静置 30 分钟，将内容物移至 200 ml 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，过滤，滤液备用。

(2) 滴定：精确吸取滤液 20 ml 于三角瓶中，加入硝酸溶液 5 ml，硫酸铁铵溶液 1 ml，准确加入 20 ml 硝酸银标准溶液，加入 3 ml 硝基苯，充分混匀。用硫氰酸钾标准溶液滴定至出现稳定的橘红色，记录所用硫氰酸钾标准溶液的体积。同时做试剂空白试验。