



USDA-FSIS

美国农业部食品安全检验署

肉类及其制品
化学分析检验手册

国家进出口商品检验局编译组

湖南科学技术出版社

USDA—FSIS

美国农业部食品安全检验署

肉类及其制品 化学分析检验手册

邵俊杰 聂洪勇 叶永茂 王利民
张凤桂 葛志荣 黄曼兰等编译

湖南科学技术出版社

湘新登字 004 号

肉类及其制品化学分析检验手册

国家进出口商品检验局编译组

责任编辑：刘奇斌

湖南科学技术出版社出版发行

(长沙市展览馆路 3 号)

湖南省新华书店经销 湖南省新华印刷厂印刷

1993 年 1 月第 1 版第 1 次印刷

开本：850×1168 毫米 1/32 印张：13 字数：447,000

印数：1-1,000

ISBN7-5357-1088-3

O·101 定价：11.50 元

地科 107-007

内容简介

本书由美国农业部食品安全检验署 (USDA—FSIS) 编制，是用于向美国进口及美国国内肉类及其制品检验的官方分析检验方法手册。全书共分六章：第一章肉制品，第二章辅料，第三章常量分析方法，第四章微量分析方法，第五章化学残留物分析方法，第六章营养分析及附录。

该手册是从事各种肉类及其制品生产、加工、经营、外贸以及肉类产品质量检验、监管、食品检验和商检等部门的技术人员、管理人员必备的参考书，亦可供有关科研人员和大专院校的师生参考。

说 明

本书提供了实用的分析方法。这些方法适用于分析下列物质：肉和禽产品中的天然成分、添加剂、化学和环境残留物。此外，本书还介绍了美国农业部食品安全和检验署科学实验室制订的有关肉禽产品中直接和间接使用添加剂的法规。

本手册共分六章：一二章为肉制品和辅料的有关法规，其余章节介绍了常量分析法、微量分析法、化学残留物分析法以及营养分析法。

本手册所涉及的分析方法的参考文献列在每一种方法的结尾。在此感谢美国公取分析化学家协会 (AOAC) 同意采用新选用的方法。本机构只对抄录的准确性和自身的解释负责，如果方法的准确性有疑问，应参考原始文献。在本手册中所采用的名词术语与 AOAC 法相同 (第 14 版, xxi—xxvi 页)。每一种分析方法可靠程度在目录中用下列字母和数字标明。

1 级——这是一类具有最高水平的可靠检验方法。它们可能是用于定量或定性的单一方法，亦可联合作为定量和最后鉴定的确证方法。

2 级——这是一类其重要程度次之的检验方法。但是这类方法可以用于测定分析物的浓度，并提供某些结构上的信息。这类方法是可靠的，足以用作参考方法。

3 级——这是一类筛选的方法，它虽提供了有用的信息，但是在使用时有一定的限制。它将检测试验某种化合物是否存在，或在某些需要测定的浓度水平方面对化合物分类。与 1 级和 2 级

方法比较，这类方法更加实用和简便。这类方法的可靠性已被文献所证明和肯定。3级检验方法的特点是，由于某些个别结果的不可靠性，个别阳性结果仍需要由1级和2级方法加以证实。

A. 美国公职分析化学家协会法定方法 (AOAC Official Methods)。本方法经五个或更多实验室进行了大范围的实验室间的合作研究。若本方法提供的结果证实其方法是令人满意的，则被 AOAC 认可作为正式方法。某些 AOAC 正式方法经进一步研究后，可以扩大到以下几个方面。

1. 通过3位分析工作者（两至三个实验室）的验证研究扩大到其他分析对象、组织、种类和产品。

2. 通过一两位分析工作者（室内或室间）的研究扩大到如下方面：

a. 分析对象扩大到其它组织、种类和产品，以作为初始分析方法。

b. 扩大到相同物质的其它类似的分析对象以作为初始研究。

B. 批准的方法。本方法经两至三个实验室至少三位独立的分析工作者协同研究，所获得数据经政府的高级科学家小组根据要求对实验中获得的数据进行评价，以确认其可用性。在本目录中的一些方法，是由方法提出人根据1973年以后的新兽药申请 (NADA) 建立的方法。这些方法已由 FSIS 和 FDA 的实验室成功地研究，某些批准的方法还曾由1~2位分析者（室内或室间）深入研究。它们可以扩大到如下方面：

1. 扩大到最初研究的分析对象的其他组织、种类和产品。

2. 扩大到与最初研究的组织/种类和产品类似的其他分析对象。

C. 美国联邦注册方法。这些分析方法先在美国联邦登记处注册，而后收编入美国联邦法规。

D. 历史上的法定方法。在初期，这类方法被认为是最适用

的，而且在没有更有效的方法之前还可以继续应用。在没有多个实验室协同研究的情况下，为 FDA 和 FSIS 所接受和发起人所提供的 1974 年以前 NADA 方法属于这一类。

E. 非批准的方法 (NVM)。本方法是未经至少三位独立的分析工作者的多个实验室协同研究的定量和 / 或确证方法，或者是未经多个实验室的协同研究的没有成熟的最低限量规定 (MPL) 的分析方法，或者是低于规定的残留限量的未经验证研究。

F. 出版的方法。本方法由单个分析工作者或实验室研究，评价的数据有限，因此应用时应有质量控制计划，所得数据经政府高级科学家小组评价。

G. 相关的方法。这类方法虽然未经传统的实验室间协同研究，但是采用本方法所得的数据与用于强制管理的某一法定方法所得的数据进行过比较后结果一致。这种比较必须采用同样的试样，而数据必须经政府的高级科学家小组评价。

目 录

第一章 肉制品	(1)
1.001 试样的完整性	(1)
1.002 试样废弃准则和试样制备	(1)
1.003 试样计算	(4)
1.004 猪肉的分类	(6)
1.005 辣味烤火腿	(7)
1.006 易腐败罐头制品	(7)
1.007 鲜猪肉香肠	(8)
1.008 罐头维也纳香肠或法兰克福香肠	(8)
1.009 罐头午餐肉	(8)
1.010 香肠	(9)
1.011 其他肉分类	(9)
1.012 汉堡牛肉末	(10)
1.013 经嫩化处理的牛肉	(10)
1.014 熟肉	(10)
1.015 咸牛肉马铃薯泥	(11)
1.016 滚面包屑(或面粉)的分割肉	(11)
1.017 午餐肉	(12)
1.018 辣椒和(或)蘑菇牛排	(12)
1.019 罐装的肉食制品	(12)
1.020 醋渍猪脚	(12)
1.021 脂肪和油	(12)
1.022 干酪	(13)
1.023 无脂蛋白质	(14)

第二章 辅料

2.001	粘合剂	(16)
2.002	滚面包屑混合物	(18)
2.003	肠衣	(18)
2.004	网状物	(18)
2.005	纸	(19)
2.006	塑料	(19)
2.007	胶粘剂	(20)
2.008	包装材料的认可	(20)
2.009	洗涤剂、消毒剂、杀虫剂、锅炉防垢剂等	(21)
2.010	腌制剂	(22)
2.011	磷酸盐	(24)
2.012	防腐剂	(25)
2.013	香料和调味料	(25)
2.014	亚硫酸盐处理的水果和蔬菜	(26)
2.015	甜味剂	(27)
2.016	人造甜味剂	(27)
2.017	淀粉糖浆	(27)
2.018	烟熏香料	(28)
2.019	其他物质	(28)

第三章 常量分析方法

3.001	水分测定	(31)
3.002	蛋白质测定	(32)
3.003	蛋白质测定替代法	(35)
3.004	氮的自动测定法	(38)
3.005	脂肪测定(醚提取)	(42)
3.006	脂肪测定(比重法)	(44)
3.007	盐分测定	(48)
3.008	盐分测定(指示定量片法)	(50)
3.009	磷酸盐测定	(51)
3.010	磷的自动测定法	(54)
3.011	腌制液中磷酸盐的测定	(56)
3.012	谷物类成分测定	(57)

3.013	豆粉及浓缩豆蛋白测定	(59)
3.014	豆粉及浓缩豆蛋白的显微镜鉴定法	(60)
3.015	乳糖测定	(62)
3.016	气相色谱法测定肉类食品中的乳糖	(65)
3.017	玉米糖浆固形物测定	(67)
3.018	测定内部烹调温度	(69)
3.019	测定内部烹调温度(凝结法)	(74)
3.020	禽内脏包装纸吸附水分的测定	(75)
3.021	肉样 pH 值测定	(76)
3.022	高效液相色谱法测定肉样中的葡萄糖、蔗糖、麦芽糖、乳糖	(77)
3.023	高效液相色谱法测定肉类产品中的葡萄糖、甘露糖、山梨糖	(80)

第四章 微量分析方法

4.001	肉中硝酸盐的测定	(84)
4.002	肉中亚硝酸盐的测定	(87)
4.003	在抗坏血酸盐存在下腌制用混合盐和盐水中亚硝酸盐的测定	(89)
4.004	无抗坏血酸存在下腌制用混合盐和盐水中亚硝酸盐的测定	(92)
4.005	腌制用混合盐和盐水中硝酸盐的测定	(94)
4.006	香肠肠衣和小馅饼纸中甲醛的测定	(97)
4.007	植物油脂中动物脂肪的测定	(99)
4.008	加工产品的炼制油、猪油、起酥油和油脂中抗氧化剂的测定	(105)
4.009	NOVA 分析仪离子选择电极法测定 Na^+ 、 K^+ 和 Cl^-	(110)
4.010	原子发射光谱法测定肉中钠和钾	(114)
4.011	高效液相色谱法测定和确证肉制品和辅料中的苯甲酸、山梨酸和四种羟基苯甲酸酯	(119)

第五章 化学残留物分析方法

5.001	氯代烃的分析	(122)
5.002	微氧化铝柱筛选分析脂肪性食品中的氯代烃和多氯联苯残留物	(127)

5.003	凝胶色谱测定动物脂肪中的有机氯农药残留量	(129)
5.004	氯代烃类农药的确认方法	(133)
5.005	共蒸馏法分析和确认动物组织中的二溴乙烷	(135)
5.006	肝和肌肉组织中有有机磷农药残留量的测定	(137)
5.007	原子吸收分光光度法测定肌肉、肝、肾或毛发中的汞 ..	(143)
5.008	砷的测定(分光光度法)	(147)
5.009	原子吸收分光光度法测定肉及肉制品中的砷	(150)
5.010	原子吸收分光光度法测定动物组织中的痕量元素	(153)
5.011	肝和肌肉组织中二氯二甲吡啶酚的测定	(156)
5.012	异丙硝吡唑的主要羟基代谢物的定量分析	(160)
5.013	羟基异丙硝吡唑的气相色谱—质谱确认方法	(164)
5.014	卡巴氧的测定	(166)
5.015	玉米赤霉醇的测定	(172)
5.016	动物组织中倍硫磷残留量的测定	(178)
5.017	极谱法测定组织中双氯苯氨基脲	(182)
5.018	动物组织中磺胺残留物的薄层色谱光密度筛选法 (STLC—F)	(187)
5.019	气相色谱/电子轰击离子化—质谱检测和确认猪、禽和牛肝 及肌肉组织中磺胺残留物	(193)
5.020	单饼矿物油—真空蒸馏—热能分析腌肉(预煎和切碎)中亚 硝胺的方法	(198)
5.021	低温真空蒸馏法测定亚硝胺	(205)
5.022	电子捕获气液相色谱法定量测定牛、猪和禽肌肉组织中的氯霉素	(212)
5.023	氯霉素的气相色谱—质谱确认方法	(216)
5.024	肝组织中五氯酚的筛选测定法	(218)
5.025	五氯酚的气相色谱—质谱确认方法	(223)
5.026	气相色谱—质谱顶空分析法测定肉中的苯乙烯	(224)
5.027	气相色谱顶空分析法测定罐头肉中的汽油	(226)
5.028	薄层色谱法分析组织中的麦角酰二乙胺和苯环己哌啶 ..	(228)
5.029	高效液相色谱法分析牛肝中的拉沙里菌素	(230)
5.030	牛肝、肾和肌肉组织中受氧唑酮的定量测定	(234)
5.031	高效液相色谱法测定动物组织中的四环素族抗菌素	(238)
5.032	禽和牛脂肪中三嗪类残留物的气相色谱法测定	(244)
5.033	快速筛选法测定组织中左旋咪唑残留量	(249)

5.034	动物组织中丙硫咪唑残留物的测定和确证方法	(253)
5.035	动物组织中艾弗麦菌素 (Ivermectin) 残留物的测定和确证方法	(263)
5.036	脂肪中甲苯基酸的测定方法	(274)
5.037	动物组织中 Cyromazine 和密胺残留物的测定	(275)
5.038	肉样、肉制品和血清中氰化物的分析和确证方法	(279)
5.039	动物组织中开蓬的测定	(281)
5.040	牛肉中甲烯雌醇乙酸酯残留量的测定	(284)
5.041	鸡肝中溴氯哌嗪酮的测定	(287)
5.042	牛肉和鸡肉组织中甲基盐霉素的测定	(291)
5.043	高效液相色谱法测定猪组织中的庆大霉素	(296)
5.044	动物组织中莫能菌素的测定	(300)
5.045	牛和绵羊组织中 Clorsulon 的测定	(305)
5.046	甲噻啉啉和噻啉啉兽药相关代谢物的测定	(310)
5.047	猪组织中阿泊拉霉素的测定	(315)
5.048	高效液相色谱法测定牛和猪组织中的羟氨苄青霉素	(319)
5.049	放射免疫法测定玉米赤霉醇	(322)
5.050	牛肝和肌肉中苯并咪唑兽药多残留物分析	(328)
5.051	牛肝中己烯雌酚和玉米赤霉醇的测定和确证方法	(332)

第六章 营养分析方法

6.001	维生素 A 的测定	(338)
6.002	维生素 B ₁ (硫胺素) 的测定	(342)
6.003	维生素 B ₂ (核黄素) 的测定	(345)
6.004	维生素 C (抗坏血酸) 滴定法测定	(347)
6.005	维生素 C (抗坏血酸) 分光光度法测定	(349)
6.006	烟酸 (尼克酸) 和烟酰胺 (尼克酰胺) 的测定	(352)
6.007	添加的烟酸和烟酰胺的快速测定法	(354)
6.008	原子吸收光谱法测定铁和钙	(355)
6.009	铁的分光光度法测定	(357)
6.010	钙的滴定法测定	(358)
6.011	机械分散的产品中氨基酸分析	(362)
6.011	(LC) 机械分散的产品中氨基酸分析 (高效液相色谱法)	(367)
6.012	机械分散的产品中氟的测定	(380)

6.013 机械分散的组织中胆固醇的测定	(383)
----------------------------	-------

附 录

I 数值修约和有效位数	(389)
IA 报告验证方法分析结果的规则	(389)
IIA 蛋白质因子3.79表	(391)
IIB 蛋白质因子3.8表	(392)
IIC 蛋白质因子3.83表	(393)
IID 蛋白质因子3.93表	(394)
III “分数化为小数”换算表	(395)
IV “〔英〕常衡制化为公制”换算表	(396)
V 四位对数表 (略)	(397)
VI 水蛋白质比	(397)
VII 调味料中抗坏血酸盐的含量	(398)

第一章 肉制品

1.001 试样的完整性

实验室对接到的每一种分析试样,必须进行检查,确定该分析试样的状况是否符合要求,以保证获得可靠的分析结果。如果遇到了不符合要求的试样,则不能进行分析。当试样不能分析时,必须立即通知送样人。

管理人员应该检查送来的试样,并通知操作人员处理例外的试样。如果试样太少或者不适于分析(腐败、污染等),应予报废,并要求重新取样。

经常出现不适合于分析的试样,有以下几种情况:

(1) 肉中含有脂肪、添加水或添加物的试样。

(a) 容器破损而暴露于空气之中的试样。

(b) 容器泄漏的试样。

(c) 腐烂的试样。

(d) 份量不足,少于0.3kg的试样。

(e) 与吸附剂接触的试样。

(f) 当标签上填写有硝酸钠和/或硝酸钾时,需要测定亚硝酸盐而又未冷冻或封装的试样。但也有例外的情况:如果标签上未注明有硝酸盐时,接到的试样则不需要冷冻或封装,但是试样必须具备完好的状态;放置于样架上稳定的干试样,亦不需要冷冻,即可接收。

(g) 用于最高内部温度测定的试样未冷冻或封装。

(2) 香料和调味料

(a) 份量不足,少于60g的试样。

(b) 无正确标志的试样。

实验室应该把试样报告送还给检验员,并作如下说明:

① 报告接收试样的状态并说明不能进行分析的原因。

② 提出关于重新取样和送样的改进意见。

1.002 试样废弃准则和试样制备

1.002A 试样废弃准则

I. 引言

正式送检试样不合格时，不得进行化学分析，该样品必须废弃。用于分析含有特殊化学残留物（1.002A II 节）的试样和进行食品化学分析（1.002A III 节）的试样废弃准则如下：

II. 分析残留物的试样

A. 在废弃用于监测特殊化学残留物的肉、禽试样之前，应该与有关的机构取得联系，以便决定该试样是进行分析还是废弃。

B. 如果出现下述的情况，用于分析特殊化学残留物的肉、禽试样则应该废弃：

1. 无标志或无准确标志的试样。
2. 试样袋破裂或开口，使试样外露。
3. 经判断已变质或变哈喇的试样（需要经管理人员同意）。
4. 掺合了不该有的肉组织的试样，即两种或更多的试样相互掺合。
5. 试样是不适合于分析的肉组织。
6. 份量不够的试样。MPI Directive 917.1, Rev.2, Exhibit D 中规定，每种用于分析残留物的试样量，要足以进行鉴定试验和正式检验（见 1.002A II A 节）。

7. 试样装运延期，使得最终结果报告不符合要求的报告时间（自试样收集之日起三周），这还包括转运的试样。

8. 到达实验室的样品没有冰结晶。这只适用于 300、500、600、700 和 900 号的残留物。除 100 号外，脂肪组织试样温度必须在 -5°C 或更低。

III. 食品化学分析用试样

如果出现下述情况，用于食品化学分析的肉、禽试样则应该废弃：

1. 无标记或者标记不清楚的试样。
2. 试样袋破裂、漏泄或开口。
3. 经判断试样变质或变哈喇（需要管理员同意）。
4. 份量不足 400g 的试样（重量起码是 100g 的熏干、腌制品和极干制品的试样除外）。

5. 包装不当的试样。例如，用书写纸或吸水纸包装试样，或者脂肪限量为 30% 的熟食试样进行真空包装。

6. 无冰结晶的试样，例如脱脂奶粉、固态玉米糖浆、熏制用促进剂、腌制液以及用磷酸酶法测定内部最高温度的罐头火腿。但下述情况例外：要求测定最高内部温度的罐头火腿不要求在到达实验室时有冰结晶，但是，除非检验员已从火腿罐头中将中心部分的火腿取出并装入密封袋送交实验室，在此时，罐头火腿的这部分送到实验室时，必须要有冰结晶。

7. 分割试样未用三位数试样编号标记。

8. 制备不当的分割试样。

9. 脂肪限量为 30% 的熟香肠试样不是按三个 0.454kg 装袋。但下述情况例外：检验员已注上“特殊”的试样，不论是来自小工厂或是经重新取样的 30 个 0.454kg 装袋的试样，则不得废弃。

1.002B 食品化学分析的试样制备

I. 引言

试样制备的目的是获得供化学分析用的精细均匀试样，该试样代表检验员送到实验室的试样。将试样（包括所有的液体、脂肪、明胶和其他部分）弄细和混合时，必须仔细。制备试样必须十分迅速，以使因蒸发失去的水分减至最低程度。制备好的试样应该立即进行分析或者冷冻。按照试样废弃准则，确定用于化学分析的试样合格后，才开始弄细。此外，必须根据分析要求（例如，亚硝酸盐、硝酸盐、最高内部温度、乳糖等）考虑先后顺序。

II. 仪器

A. 斩拌机：金属板孔为 3mm 或更小（以 2mm 孔眼最佳）。

B. 研碎钵：能处理 2—8.8kg 试样，或 Hobart Blender Model VCM—25，或类似能处理高达 20kg 试样的装置。

C. 配套的斩拌机栅板和转刀

D. 斩拌机转刀要保持锋利，栅板磨损后应该更换。栅板有沟痕，转刀有缺口即表示已磨损。

E. 斩拌机螺杆必须与机筒匹配，磨损后应该更换。如果转速下降，则表明机筒和螺杆磨损。

F. 不锈钢混料罐：可以处理 0.5—10kg 试样。

G. 不锈钢刮勺

H. 木棒或塑料棒（不得使用手指或刮勺）

III. 试样制备程序

使用清洁和干燥的设备在室温下斩拌试样。在每次斩拌时，只能处理一种试样，并应该除去所有不可食部分。

A. 乳化试样——在每次斩拌乳化试样（如法兰克福香肠、维也纳小香肠、波罗纳香肠）后，仔细用刮刀混合两次。

B. 非乳化试样和圆形胴体分割肉——斩拌非乳化试样（如碎牛肉、猪肉香肠、腊肉、萨拉米香肠等、圆形胴体分割肉、火腿（除去皮和骨之后）、猪前腿肉、胸肉等）时，在每次斩拌之间，用刮勺充分混合三次；高脂肪肉试样（如腊肉、猪肉、香肠）在斩拌之前必须处于冰冻状态。

C. 重量超过 2.2kg 的试样。

1. 用研碎钵将整体试样研碎 1 分钟左右。

2. 按照下述操作, 用四分法将试样缩分为约 1kg。

a. 在新拌机转盘上把试样分为四等分。

b. 取出对角的两部分。

c. 斩拌约 1 分钟。

d. 重复四分法, 直至试样缩分为约 1kg。然后, 将试样两次通过 2mm 栅板的斩拌机, 并在每次斩拌之间进行混合。

D. 干制品——使用搅切机或均质器将干试样(如牛肉干)粗略地切成小片之后, 再斩拌 15—30 秒, 以得到更细的试样。

E. 用于测定最高内部温度的试样——在罐头火腿中心选择一片足够厚的中心片, 从中取出 100—120g 中心试样斩拌一次, 取一半立即测定内部最高温度, 另一半继续冰冻, 待需要时再分析。如果要求进行其他项目分析, 则将剩余的中心片与留下的部分火腿放在一起(包括流出的汁液), 按 III B 进行制备。

F. 分割试样——乳化试样按 III A 方法进行。非乳化试样则不需要进一步斩拌。在分析之前, 放在塑料袋中混合, 使其均匀。如果收到处理不当的非乳化试样, 则必须废弃。检验员选定的分割试样后, 应该与认可的实验室评审员取得联系, 以解决试样制备的问题。分割试样不用于测定最高内部温度。

G. 实验室收到的对照试样——在温度达到平衡之后, 通过掺合塑料袋中的试样, 使对照试样混匀。除非另有规定, 不要再斩拌试样。

H. 实验室制备的对照试样——采用大罐装的火腿试样制备一系列均一的火腿对照试样。使用大容量斩拌机, 将罐装火腿斩拌约 1 分钟, 整个试样两次通过 2mm 栅板的斩拌机, 并在每次斩拌之间进行混合。将全部火腿对照试样迅速装袋并密封, 每袋标上同样的识别标记, 并立即冷冻。为了制备一系列熟香肠对照试样, 从用于常规分析的熟香肠制备试样的剩余部分中取约 10kg 熟香肠(同一种香肠, 或全部含粘合剂, 或全部不含粘合剂), 按火腿对照试样相同的方法进行制备。

I. 用于测定盐含量、盐水浓度或水活度的试样——有标签的产品(火腿)试样(如风味火腿、农家火腿、干腌火腿、风味猪前腿、风味猪肩肉、干腌猪肩肉或者农家猪肩肉)按下述方法制备: 选择 25mm 中心片, 除去所有的脂肪和骨头后, 将切片外侧的一条 12.5mm 宽的肉去除, 斩拌剩余的肌肉组织, 并混合两次, 再测定盐含量、盐水浓度或水活性。

1.003 试样计算

将单个分析结果换算成能够表示内含添加水或添加物的结果, 其结果包