

肉及肉制品中磷酸盐含量分析

毕会芳, 刘睿, 孙蔚林, 李思龙, 王骏*

(山东省食品药品检验研究院, 济南 250101)

摘要: **目的** 探究生鲜肉中磷酸盐本底含量。 **方法** 以不同品种肉及肉制品为研究对象, 采用国家标准食品中磷酸盐的测定方法对其进行磷酸盐含量测定, 比较分析肉及肉制品不同品种间磷酸盐含量差别。 **结果** 肉制品中磷酸盐含量在 0.46~10.32 g/kg, 超限量比率为 26.67%, 生鲜肉中磷酸盐含量在 1.37~6.65 g/kg, 参考 GB 2760-2014 肉制品中磷酸盐限量 5.0 g/kg 计算, 超限量比率为 34.00%。 **结论** 生鲜肉中磷酸盐本身含量较高, 对熟肉制品的磷酸盐含量会存在一定影响, 继而导致熟肉制品的超限量比率较高。

关键词: 磷酸盐; 肉制品; 紫外分光光度法

Analysis of phosphates content in meat and meat products

BI Hui-Fang, LIU Rui, SUN Yu-Lin, LI Si-Long, WANG Jun*

(Shandong Institute for Food and Drug Control, Jinan 250101, China)

ABSTRACT: Objective To explore the content of phosphate background in raw meat. **Methods** Taking different varieties of meat and meat products as research objects, the phosphate content of the national standard food was determined by phosphate method, and the difference of phosphate content among different meat and meat products was compared and analyzed. **Results** The phosphate content in meat products were 0.46~10.32 g/kg, the over-limit ratio was 26.67%, and the phosphate content in raw meat were 1.37~6.65 g/kg, according to GB 2760-2014 phosphate limit of 5.0 g/kg in meat products, the over-limit ratio was 34.00%. **Conclusion** The high content of phosphate in raw meat has a certain effect on the phosphate content of cooked meat products, which in turn leads to a higher ratio of cooked meat products.

KEY WORDS: phosphates; meat products; ultraviolet spectrophotometry

1 引言

磷酸盐常作为水分保持剂、膨松剂、酸度调节剂、稳定剂等被广泛用于食品中, 它可以提高产品的保水性, 抑菌防腐, 对食品品质的提高和改善起着重要作用。磷酸盐作为肉制品常见添加剂, 具有提高肉制品保水性及凝胶强度、增进结着力、改良肉质等作用^[1,2]。在肉制品的加工过程主要是以焦磷酸盐、三聚磷酸盐和六偏磷酸盐等磷酸盐的复合形式广泛使用。当人体摄入过量磷酸盐时, 会降低钙的吸收, 容易导致体内钙、磷比例失衡, 严重时将导致

骨骼畸形、发育迟缓、骨质疏松、钙化性机能不全等状况危害人体健康^[1-7]。因此, 必须严格控制磷酸盐的添加和使用。国际上很多国家对磷酸盐的限量作了规定, 我国 GB 2760-2014《食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》中规定磷酸及磷酸盐在预制肉制品及熟肉制品中的最大使用量为 5.0 g/kg^[8]。

目前国内对于食品中磷酸盐的研究多集中在对检测方法的改进或是新方法的验证上, 出现众多检测方法如分光光度法、离子色谱法、钼酸铵比色法、近红外光谱法和电感耦合等离子体质谱法等^[9-16]。对于磷酸盐在肉制品中

*通讯作者: 王骏, 研究员, 主要研究方向为食品安全检测与标准研究。E-mail: sdzjywj@163.com

*Corresponding author: WANG Jun, Professor, Shandong Institute for Food and Drug Control, No.99, Tianluo Road, Jinan 250101, China. E-mail: sdzjywj@163.com

应用的研究报道也有很多,如李苗云等^[17]研究了不同磷酸盐对肉制品保水性的影响;李龙祥等^[18]研究了添加不同浓度的复合磷酸盐对调理重组牛肉制品质特性的影响等,但是对肉及肉制品中磷酸盐含量进行系统分析的相关研究较少。

本文研究采用钼酸铵分光光度法测定肉及肉制品中磷酸盐含量,比较分析不同品种肉制品的含量差异,探讨生鲜肉中磷酸盐的本底含量,为肉类食品中磷酸盐相关标准限量的制定提供一定参考。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

UV-2700 紫外可见分光光度计(日本岛津公司);CWF11/13 马弗炉(英国卡博莱特公司);MS4002S 电子天平(瑞士梅特勒公司)。

钼酸铵、亚硫酸钠、硫酸(分析纯,国药集团化学试剂有限公司);对苯二酚(分析纯)、磷酸二氢钾(基准试剂)(天津市科密欧化学试剂有限公司)。

2.2 实验方法

2.2.1 溶液配制

钼酸铵溶液(50 g/L):称取 25 g 钼酸铵溶于 300 mL 水中,再加入 75%(体积分数)硫酸溶液,定容至 500 mL。

对苯二酚溶液(5 g/L):称取 0.5 g 对苯二酚,用水溶解并定容至 100 mL,配置完后加几滴硫酸。

亚硫酸钠溶液(200 g/L):称取 20 g 亚硫酸钠溶于 100 mL 水中,可借助超声进行溶解,试验前临时配制。

磷酸盐标准溶液(10 μg/mL):精确称取 0.7165 g 磷酸二氢钾溶于水中,移入 1000 mL 容量瓶中,加水至刻度,定容。吸取 10.0 mL 此溶液,置于 50 mL 容量瓶中,加水至刻度,定容混匀。

2.2.2 样品处理

(1) 标准曲线的绘制

准确移取磷酸盐标准溶液(10 μg/mL)0.0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0 mL,分别置于 25 mL 比色管中,再于每管中加入 2.00 mL 钼酸铵溶液摇匀,1 mL 亚硫酸钠溶液,1 mL 对苯二酚溶液,加蒸馏水稀释至刻度,摇匀,室温放置 30 min 后,用 1 cm 比色皿,在波长 660 nm 处比色,以零管

溶液调零,测定各标准溶液的吸光度,并绘制标准曲线。

在实际操作过程中发现该方法给出的标准曲线系列浓度偏小,导致所测样品浓度超出上限范围,不能满足实验要求,因此对该方法标准曲线进行了优化,将取样体积分别扩大 5 倍、10 倍后,按照相同的操作步骤进行测定。

(2) 样品的测定

准确称取样品 2~5 g(由于肉中含磷量较高,所以称取量不易太大,2 g 左右即可)于坩埚器皿中,电热炉上小火进行炭化后(在样品批次较多时采用电热板进行炭化较为方便),放马弗炉中进行灰化,直至灰分呈现白色为止(必要时可加数滴浓硝酸湿润后灰化),加 10 mL 稀盐酸(1:1, V/V)及数滴硝酸于电热板加热蒸干后再加 2 mL 稀盐酸(1:1, V/V),用蒸馏水将残渣完全洗入 100 mL 容量瓶中,定容。吸取 1.00 mL 定容后的溶液置于 25 mL 比色管中,依照上述方法进行操作。

3 结果与分析

3.1 标准曲线

国标中给出的标准曲线浓度偏小,使得样品中的浓度超出上限范围,导致无法准确测定出样品中磷酸盐的含量,实际操作中将标准系列浓度分别扩大 5 倍、10 倍。通过实际操作发现标准系列浓度扩大 5 倍时,最大点的吸光值还是偏小,但扩大 10 倍后的标准系列基本满足样品的检测范围,适合肉制品中磷酸盐的测定。曲线线性良好,回归方程为 $Y=0.0016X+0.0019$,相关系数 $r^2=0.9996$ 。

3.2 相对标准偏差与回收率

分别对新鲜猪肉、熟制火腿 2 个样品进行 10 次重复性实验,实验结果详见表 1。猪肉样品中磷酸盐含量平均值为 2.26 g/kg,相对标准偏差为 4.42%,火腿样品中磷酸盐含量平均值为 2.39 g/kg,相对标准偏差为 4.18%,结果表明精密度和重复性良好,符合标准要求。同时我们采用格鲁布斯(Grubbs)法分别对 2 组数据进行可疑值筛选,结果表明 2 组检验数据中均不存在需要剔除的可疑值。以酱卤肉和圆火腿为样品,进行加标回收实验。向 2.5 g 样品中分别加入 4、8、12 mL 磷酸盐标准溶液(即含量为 40、80、120 μg),实验结果详见表 2。

表 1 样品重复性检测结果分析
Table 1 Analysis of sample repeatability test results

测定次数	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	平均值	标准偏差 S	相对标准偏差 Sr
猪肉测定值/(g/kg)	2.14	2.14	2.19	2.19	2.24	2.24	2.27	2.33	2.43	2.43	2.26	0.10	4.42%
火腿测定值/(g/kg)	2.27	2.28	2.31	2.31	2.33	2.40	2.45	2.47	2.50	2.54	2.39	0.10	4.18%

3.3 实际样品测定

用本方法对不同品牌、不同企业生产的 200 批次样品(其中包括 50 批次生鲜肉、150 批次肉制品)进行检测, 结果详见表 3。生鲜肉中磷酸盐含量为 1.37~6.65 g/kg, 猪肉中磷酸盐含量平均值为 4.35 g/kg, 牛肉中的平均值为 4.79 g/kg, 鸡肉中的平均值为 3.67 g/kg, 表明生鲜肉中存在一定的磷酸盐本底, 并且畜肉中磷酸盐本底值略高于禽肉中的本底值。肉制品中磷酸盐含量在 0.46~10.32 g/kg, 超限量比率为 26.67%。比较不同品种的肉制品中磷酸盐含量发现腌腊肉制品平均含量为 3.53 g/kg, 酱卤肉制品平均含量为 3.65 g/kg, 肉灌肠制品平均含量为 4.32 g/kg, 火腿制品平均含量为 5.10 g/kg。总体上火腿类制品磷酸盐平均值含量明显高于其他制品, 这也与文献^[19-21]的调查结果相吻合。这一现象除了与原料本底磷酸盐含量有关, 还与制品的生产工艺不同相关。牲畜屠宰后胴体发生不可逆地破坏肌肉蛋白的结构, 使肉与自身水分的结合变得松散, 这种情况下对于乳化、绞碎的火腿制品和肉灌肠制品, 磷酸盐的加入可以很大程度上提高肉蛋白结合水分的能力, 在食品组织表面发生增溶作用, 加热时形成一层凝结的蛋白

质, 改善水分的保持性, 从而有效地抑制肉制品的氧化变质而延长货架期^[22-24]。

4 结 论

对 200 批次样品检测结果表明肉制品中磷酸盐含量在 0.46~10.32 g/kg, 超限量比率为 26.67%; 生鲜肉中磷酸盐含量在 1.37~6.65 g/kg, 参考 GB 2760-2014 对肉制品中磷酸盐限量 5.0 g/kg 计算, 超限量比率为 34.00%, 并且畜肉中磷酸盐含量略高于禽肉, 与文献^[25,26]的调查结果基本一致。近年来肉制品中磷酸盐含量超限量现象时有发生, 一些食品加工企业发现即使在没有使用食品添加剂或是按照相关规定添加磷酸盐的情况下, 成品检测的磷酸盐含量也会偏高, 甚至超出 GB 2760-2014 标准中规定的限量值。虽然 GB 2760-2014 标准对生鲜肉中磷酸盐含量没有相应的限量要求, 但是鉴于生鲜肉中磷酸盐本底值较高, 相关部门在对肉制品中磷酸盐限量进行制定时, 需要考虑到生鲜肉中本底值的影响, 通过此次检测数据希望能够为我国肉类食品中磷酸盐相关标准的修订和限量的制定提供一定的科学依据, 同时也对企业后续如何更好使用磷酸盐提供参考。

表 2 样品加标回收率(n=4)
Table 2 Recoveries of samples (n=4)

样品名称	本底值/ μg	加标量/ μg	加标后的量/ μg	平均回收率/%	相对标准偏差/%
酱卤肉	23.52	40	63.04	98.8	0.10
		80	104.00	100.6	0.67
		120	148.08	103.8	1.28
圆火腿	41.14	40	80.02	97.2	1.21
		80	122.74	102.0	1.01
		120	169.78	107.2	1.14

表 3 肉及肉制品中磷酸盐含量测定结果
Table 3 Test result of phosphate content in meat and meat products

样品类型	样品名称	份数	检出值范围/(g/kg)	平均值/(g/kg)	超限量比率/%
生鲜肉	猪肉	15	2.12~5.56	4.35	/
	牛肉	15	2.71~5.54	4.79	/
	鸡肉	20	1.37~6.65	3.67	/
	总计	50	1.37~6.65	3.91	/
肉制品	腌腊肉制品	25	1.46~10.32	3.53	12.00
	酱卤肉制品	52	0.70~9.31	3.65	20.00
	肉灌肠制品	53	0.46~7.69	4.32	34.04
	火腿制品	20	1.40~7.80	5.10	58.82
	总计	150	0.46~10.32	4.07	26.67

参考文献

- [1] 张梦晗, 陈宏, 封丽, 等. 食品中磷酸盐检测技术研究进展[J]. 食品工业科技, 2015, 36(19): 395–399.
- Zhang MH, Chen H, Feng L, *et al.* Research advance in determination techniques of phosphate in food [J]. *Sci Technol Food*, 2015, 36(19): 395–399.
- [2] Lenzi LJ, Lucchesi PMA, Medico L, *et al.* Effect of the food additives sodium citrate and disodium phosphate on shiga toxin-producing *Escherichia coli* and production of six-phages and shiga toxin [J]. *Front Microbiol*, 2016, 7(e32393): 1–7.
- [3] 王鹏, 严玉玲. 复合磷酸盐在食品中的应用分析[J]. 食品界, 2017, (4): 103.
- Wang P, Yan YL. The compound phosphates application analysis in food [J]. *Food Ind*, 2017, (4): 103.
- [4] Weiner ML, Salminen WF, Larson PR, *et al.* Toxicological re-view of inorganic phosphates [J]. *Food Chem Toxicol*, 2001, 39(8): 759–786.
- [5] 林钗, 蒋高强. 肉制品复合磷酸盐保水剂的优化[J]. 浙江农业科学, 2017, 58(10): 1746–1748.
- Lin C, Jiang GQ. Optimization of compound phosphate water-retaining agent for meat products [J]. *J Zhejiang Agric Sci*, 2017, 58(10): 1746–1748.
- [6] 范佳利, 李维, 屈云, 等. 食品磷酸及磷酸盐的食品安全法规标准现状[J]. 食品工程, 2016, (3): 15–18.
- Fan JI, Li W, Qu Y, *et al.* Present situation of food safety regulations and standards for food grade phosphoric acid and phosphates [J]. *J Food Eng*, 2016, (3): 15–18.
- [7] 杨洁, 杨钊, 闫加省, 等. 青岛市市售肉制品中磷酸盐水平及健康风险评估[J]. 中国卫生检验杂志, 2016, 26(8): 1195–1197.
- Yang J, Yang Z, Yan JS, *et al.* Health risk assessment and detection of phosphates levels in meat products sold in Qingdao [J]. *Chin J Health Lab Technol*, 2016, 26(8): 1195–1197.
- [8] GB 2760-2014 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准[S].
- GB 2760-2014 National food safety standard-Standard for uses of food additives [S].
- [9] 杨爱静, 沈海丽, 徐于栋, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定固体饮料中复合磷酸盐含量的研究[J]. 粮食与食品工业, 2018, (2): 53–59.
- Yang AJ, Sen HL, Xu YD, *et al.* Study on ICP-MS determination of the content of composite phosphate in solid drinks [J]. *Cere Food Ind*, 2018, (2): 53–59.
- [10] 彭蔚, 肖胜蓝, 朱建中, 等. 离子色谱法测定烘焙食品中磷酸盐[J]. 河南预防医学杂志, 2018, (29): 421–422.
- Peng W, Xiao SL, Zhu JZ, *et al.* Determination of phosphate in baked goods by ion chromatography [J]. *Henan J Prev Med*, 2018, (29): 421–422.
- [11] 刘蓓蕾, 贾海涛, 尉京亚. 离子色谱法测定肉及肉制品中多聚磷酸盐的研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2014, 5(2): 503–507.
- Liu BL, Jia HT, Ju JY. Research development on determination of polyphosphates in meat and meat products by ion chromatography [J]. *J Food Saf Qual*, 2014, 5(2): 503–507.
- [12] 张琳. 钼酸铵比色法测定蔗汁中磷酸盐含量试验方法的改进[J]. 甘蔗糖业, 2016, (5): 57–62.
- Zhang L. Ammonium molybdate spectrophotometric method for the determination of phosphate content in sugarcane juice [J]. *Sugar Cane Sugar*, 2016, (5): 57–62.
- [13] 梁颖, 张春晖, 刘邻渭. 气相色谱-质谱检测饲料中 B 类单端孢霉烯族毒素[J]. 饲料工业, 2006, 27(5): 20–21.
- Liang Y, Zhang CH, Liu LW. Determination of class B single-terminal sporomylenes in feed by gas chromatography-mass spectrometry [J]. *Feed Ind*, 2006, 27(5): 20–21.
- [14] Josephs RD, Schuhmacher R, Krska R. International interlaboratory study for the determination of the *Fusarium* mycotoxins zearalenone and deoxynivalenol in agricultural commodities [J]. *Food Add Contam*, 2001, 18(5): 417–430.
- [15] Choi CY, Nakajima-Adachi H, Kaminogawa S, *et al.* Nivalenol inhibits total and antigen-specific IgE production in mice [J]. *Toxicol Appl Pharmacol*, 2000, 165(1): 94–98.
- [16] 李仲超. 离子色谱法测定奶粉中多种磷酸盐的研究[J]. 厦门科技, 2016, (6): 57–59.
- Li ZC. Determination of various phosphates in milk powder by ion chromatography [J]. *Xiamen Sci Technol*, 2016, (6): 57–59.
- [17] 李苗云, 张秋会, 柳艳霞, 等. 不同磷酸盐对肉品保水性的影响[J]. 河南农业大学学报, 2008, 42(4): 439–442.
- Li MY, Zhang QH, Liu YX, *et al.* Effect of phosphates on meat water-holding capacity [J]. *J Henan Agric Univ*, 2008, 42(4): 439–442.
- [18] 李龙祥, 赵欣欣, 孔保华. 复合磷酸盐添加量对调理重组牛肉品质特性的影响[J]. 食品研究与开发, 2017, (2): 1–5.
- Zhang L, Zhao XX, Kun BH. Ammonium molybdate spectrophotometric method for the determination of phosphate content in sugarcane juice [J]. *Food Res Dev*, 2017, (2): 1–5.
- [19] 臧明伍, 王守伟, 乔晓玲, 等. 肉制品磷酸盐含量调查与限量研究[J]. 肉类研究, 2012, 26(7): 16–20.
- Zang MW, Wang SW, Qiao XL, *et al.* Investigations of phosphate content and limit in meat products [J]. *Meat Res*, 2012, 26(7): 16–20.
- [20] 郝为民. 磷酸盐在肉制品中的作用[J]. 黑龙江农业科学, 2008, (4): 101–102.
- Hao WM. The function of phosphate in meat product [J]. *Heilongjiang Agric Sci*, 2008, (4): 101–102.
- [21] 刘宗敏, 江红波, 王鹏, 等. 肉制品磷酸盐含量调查与限量研究[J]. 肉类研究, 2012, 26(7): 16–20.
- Liu ZM, Jiang HB, Wang P, *et al.* Application of phosphate in meat products research and development [J]. *Meat Res*, 2012, 26(7): 16–20..
- [22] 靳红果, 彭增起. 肉中添加多聚磷酸盐的研究进展[J]. 肉类研究, 2009, (1): 74–77.
- Jin HG, Peng ZQ. A review of addition of phosphates in food muscle induction [J]. *Meat Res*, 2009, (1): 74–77.
- [23] 韩敏义, 李巧玲, 陈红叶. 复合磷酸盐在食品中的应用[J]. 中国食品添加剂, 2004, (3): 93–96.
- Han MY, Li QL, Chen HY. The compound phosphates application in food [J]. *China Food Add*, 2004, (3): 93–96.

- [24] 赵晋府. 食品工艺学[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 2013.

Zhao JF. Food processing technology [M]. Beijing: China Light Industry Press, 2013.

- [25] 张俭波, 鲁杰, 杨大进, 等. 生鲜肉及肉制品中磷酸盐含量调查分析[J]. 中国食品卫生杂志, 2008, 20(4): 298-301.

Zhang JB, Lu J, Yang DJ, *et al.* Investigation on phosphate content in fresh meat and meat product [J]. Chin J Food Hyg, 2008, 20(4): 298-301.

- [26] 王铁良, 李瑾, 林秋萍. 肉及肉制品中复合磷酸盐的分析研究[J]. 食品科学, 2006, 27(12): 694-696.

Wang TL, Li J, Lin QP. Study on compound phosphates in meat and meat products [J]. Food Sci, 2006, 27(12): 694-696.

(责任编辑: 韩晓红)

作者简介



毕会芳, 工程师, 主要研究方向为食品质量与安全。

E-mail: xqhjm@126.com

王 骏, 研究员, 主要研究方向为食品安全检测与标准研究。

E-mail: sdzjywj@163.com