不同储存温度对猪肉中挥发性盐基氮本底值测定水平的影响

王 熬*, 凌育昕, 司徒茵, 林涵梅

(广东省食品工业研究所有限公司, 广州 510308)

摘 要: 目的 探寻猪肉在存储过程中能够准确测定猪肉中挥发性盐基氮本底值的最佳储存温度。**方法** 以正规超市售卖的普通新鲜猪肉(黄淮海黑猪、滇南小耳猪、太湖猪、大花白猪)为原料制成样品, 测定该样品在不同的存储温度(–18、–8、2、12、22 ℃)下存储 24、48、72、96、120 h 后猪肉中挥发性盐基氮含量的值。**结果** 猪肉在–18 ℃的存储条件下保存 120 h, 挥发性盐基氮含量几乎不变(4 种猪肉变化量分别为升高 5.1%、5.6%、5.5%、4.3%), 其他存储温度越高、保存时间越久, 肉中 pH 值越高, 挥发性盐基氮含量也越高。**结论** 猪肉样品在–18 ℃以下密封保存时, 更能够准确测定样品中的挥发性盐基氮的本底值。

关键词: 储存时间; 储存温度; pH 值; 猪肉; 挥发性盐基氮

Effect of different storage temperature on determination level of volatile basic nitrogen in pork

WANG Ao*, LING Yu-Xin, SITU Yin, LIN Han-Mei

(*Guangdong Food Industry Research Institute Co.,Ltd.*, *Guangzhou* 510308, *China*)

ABSTRACT: Objective To explore the optimal storage temperature for pork to accurately determine the background values of volatile base nitrogen in pork during storage. **Methods** Samples were made from ordinary fresh pork sold in regular supermarkets as raw materials including Huanghuaihai black pig, southern Yunnan small ear pig, Taihu pig, Dahua white pig, and the value of the volatile base nitrogen contents were measured at different storage temperatures (–18, –8, 2, 12, 22 ℃) after storing pork for 24, 48, 72, 96, 120 h. **Results** Pork was stored at –18 ℃ for 120 h, and the content of volatile base nitrogen was almost same (the changes of the 4 kinds of pork were increased by 5.1%, 5.6%, 5.5%, 4.3%). The higher the storage temperature was, the longer the storage time was, the higher the pH value in the meat was, the higher the volatile base nitrogen content was. **Conclusion** When pork samples are sealed below –18 ℃, the background value of volatile basalt nitrogen in the samples can be determined more accurately.

KEY WORDS: storage time; storage temperature; pH value; pork; volatile base nitrogen

1 引 言

肉类食品表面的微生物、内部的酶、空气中的氧是影响其挥发性盐基氮含量变化的主要因素, 一旦外部条件适宜, 微生物即大量繁殖, 很难控制。一般的生猪经检验检疫证明合格后, 进行盖章标记方可进入到食品市场中[1]。冷鲜

***通讯作者:** 王熬, 助理工程师, 主要研究方向为食品检验中的前处理相关工作。E-mail: 2424536831@qq.com

***Corresponding author:** WANG Ao, Assistant Engineer, Guangdong Food Industry Research Institute Co.,Ltd.303 Jinxin Avenue, Nancun town, Panyu District, Guangzhou City.E-mail:2424536831@qq.com

肉以其肉嫩、味美、营养、卫生等特点, 成为现代肉类消费的主流[2]。然而大部分售卖点对正在出售的肉类并没有采取有效的防止腐败的措施, 就连比较正规的超市也只是简单密封和冷藏, 这种储存方式很容易导致猪肉腐败变质, 因为仅仅冷藏条件下, 猪肉中仍含有大量的微生物[3], 温度控制在–18 ℃才能使细菌处于完全抑制状态, 细菌当中的各种酶也是处于全部抑制状态, 所有酶的活动不能进行, 一旦在–18℃以上时, 酶的活动会继续, 这样, 脂肪、蛋白质都要受到不同程度的分解, 使挥发性盐基氮含量升高。肉中挥发性盐基氮的含量高低, 直接反映肉品质量的好坏, 它是评定肉类新鲜度的客观指标, 是我国家现行 GB 2707-2016《食品安全国家标准鲜(冻)畜、禽产品》[4]中唯一的理化指标。因此准确检测出挥发性盐基氮的含量对于判断猪肉的新鲜度至关重要。相关检测部门在抽检工作中, 由于样品抽检种类多, 数量大, 并不能及时完成检测, 因此需要选择合适的储藏条件, 以保证检测时样品中的发性盐基氮含量最接近与抽检时的含量。但目前关于通用猪肉的最佳贮藏温度研究较多, 对使不同种类猪肉中挥发性盐基氮更接近于抽检时含量的最佳储藏温度与时间的组合研究较少。

本研究采用国内测定挥发性盐基氮最为常规的方法是半微量定氮法[5], 测定黄淮海黑猪、滇南小耳猪、太湖猪、大花白猪这 4 种比较有代表性的猪肉中的挥发性盐基氮含量, 出具公正科学的检验检测数据, 为实验室存储测定挥发性盐基氮猪肉样品的温度提供参考。

2 材料与方法

2.1 试剂和材料

2.1.1 试 剂

氧化镁(MgO)、硼酸(H_3BO_3)、盐酸(HCl)、溴甲酚绿指示剂($C_{21}H_{14}Br_4O_5S$)、95%乙醇(C_2H_5OH)、消泡硅油(分析纯, 广州市广联津化工有限公司); 甲基红指示($C_{15}H_{15}N_3O_2$)(分析纯, 上海三爱思试剂有限公司)。

新鲜黄淮海黑猪、滇南小耳猪、太湖猪、大花白猪肉(华润万家超市-番禺店)。

除非另有说明, 本方法所用试剂均为分析纯, 水为 GB/T 6682-2008《分析实验室用水规格和试验方法》[6]规定的三级水。

2.1.2 仪器与设备

ES-E 天平(感量为 1 mg, 奥豪斯仪器(上海)有限公司); C010 搅拌机(九阳股份有限公司); K1160 半微量定氮装置(山东济南海能有限公司); 827 精密 pH 计(准确度为 0.01, 瑞士万通中国有限公司)。

2.2 方 法

2.2.1 试样制备

所有样品均在–18 ℃的绝热容器中存储, 并在 30 min 内运送到实验室。从腰部去除脂肪和皮肤组织, 然后将其切成大小和形状相等的六片(5 cm×5 cm×8 cm), 重约 3000 g。将 4 种猪肉标识好分别随机包装在聚乙烯袋中[7]。

将准备好的 4 种新鲜的猪肉绞碎搅匀, 分别取适量分成 5 组, 每组 30 份样品(每份 60 g)密封。分别将 5 组样品标记为(1)、(2)、(3)、(4)、(5), 并将样品(1)、(2)、(3)、(4)、(5)号样品分别放置于-18、-8、2、12、22 ℃环境下储存。被污染的猪肉是人类沙门氏菌病的主要原因[8], 因此为减少微生物、湿度对样品检测的影响, 制样过程在无菌操作下进行, 并且制样后用聚乙烯袋密封样品, 尽量排出袋内空气。

2.2.2 试样的测定

每份样品称取 20 g, 测量 3 次取平均值。测定方法参考 GB 5009.228-2016《食品安全国家标准 食品中挥发性盐基氮的测定》[9], 但与之不同的是实验过程中塞紧棒状玻塞后向反应室内加入 1 到 2 滴消泡硅油, 因为在加样完毕通气蒸馏时, 往往蒸馏室内剧烈沸腾发泡, 不仅污染蒸馏反应室顶部, 严重时还会溢入冷凝管, 导致实验失败, 往里加少量的消泡硅油不仅完全可以避免这种情况发生, 而且对实验结果没有影响[10]。

试样中挥发性盐基氮的含量计算公式:

$$X=\frac{(V_1-V_2)\times 14\times C}{m\times\frac{V}{V_0}}$$

X——试样中挥发性盐基氮的含量, mg/100 g;

V_1——试液消耗盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

V_2——试剂空白消耗盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

14——滴定 1.0 mL 盐酸[c(HCl)=1.000 mol/L]标准滴定溶液相当的氮的质量, g/mol;

m——试样的质量, g;

100——计算结果换算为毫克每百克(mg/100 g)的换算系数;

V——准确吸取的滤液体积, mL ,本方法中 V=10 mL;

V_0——样液总体积, mL, 本方法中 V_0=100 mL;

pH 的测定参照 GB/T 9695.13-2009《肉与肉制品 钙含量测定》[11]。

为保证实验数据的准确性, 挥发性盐基氮和 pH 值的每次实验均重复相同条件下获得 3 次独立测定结果, 并计算平均值与标准偏差。

3 结果与分析

3.1 不同储存温度对猪肉的挥发性盐基氮含量影响

将用自封袋密封好的样品分别储存在-18、-8、2、12、22 ℃下, 测定黄淮海黑猪/滇南小耳猪、太湖猪、大花白猪肉在不同储存过程中挥发性盐基氮的含量, 结果如图 1~4 所示。

存储时间为 0 h 时的挥发性盐基氮的检出值是指制样后立即检测获得的初始值, 即最接近真实值的数据。从图 1 和图 2、3、4 可以看出, 在-18 ℃冷冻储存条件下, 随着储存时间的推移, 样品在 5 d 后挥发性盐基氮的含量基本保持不变(4 种猪肉变化量分别为升高 5.1%、5.6%、5.5%、4.3%), 说明此环境下, 猪肉中的挥发性盐基氮可以保持 5 d 以上, 储存时间短期内几乎不影响挥发性盐基氮的检验。实际上, 存储条件如果好的话, 检疫合格的猪肉在-18 ℃冷冻保存时间可达 2 年[12]; 在-8 ℃存储条件下, 样品在 5 d 内的挥发性盐基氮含量虽然一直保持在国家规定值 15 mg/100 g[13]内, 对样品最终的合格判定没有影响, 但是仍然分别增长了 103.1%、87.0%、62.1%、58.2%, 说明-8 ℃储存温度对挥发性盐基氮的检测有一定影响; 在 2 ℃冷藏储存条件下, 样品经过 1 d 后挥发性盐基氮含量有了明显提高, 并且在第 3 d 时超出了国家规定的 15 mg/100 g, 说明 2 ℃储存 2 d 对猪肉中的挥发性盐基氮影响很大; 在 12 ℃存储条件下, 样品在 1 d 挥发性盐基氮数值升至 16.0 mg/100 mg, 已经超出国标规定值, 在第 2 d 就变质; 在 22 ℃常温储存条件下, 样品仅一天后挥发性盐基氮已经上升至 24 mg/100 g 以上并在第 2 d 飙升至 80 mg/100 g。从上述结果说明储存温度和时间对猪肉中的挥发性盐基氮含量及测定影响极大。单一使用某一种保鲜技术难以达到最好的效果, 温度低于或高于微生物最适生长温度都会对其生长产生抑制作用[14], 从而影响挥发性盐基氮含量的变化, 因此储存过程中控制温度至关重要。

3.2　不同存储温度对挥发性盐基氮含量检测的偏离度影响

计算样品在不同温度下存储 24 h、48 h、72 h、96 h、120 h 后与初始值的偏离度, 偏离度是指实际数据与目标数据相差的绝对值所占目标数据的比重, 这里的设定实际数据为初始值, 公式为:

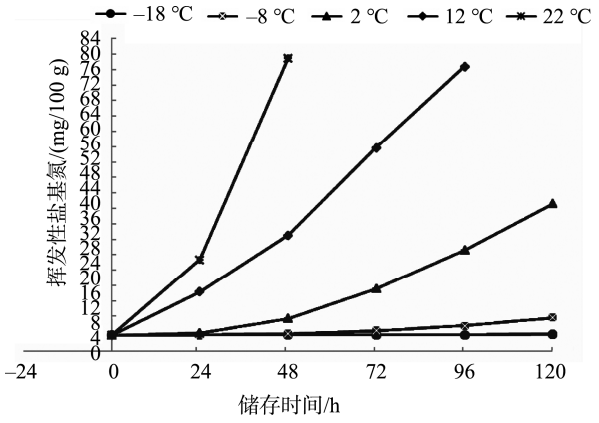

图 1　不同储存温度对黄淮海黑猪肉的挥发性盐基氮影响(n=3)

Fig.1　Effect of different storage temperature on volatile basic nitrogen of Huanghuaihai black pork(n=3)

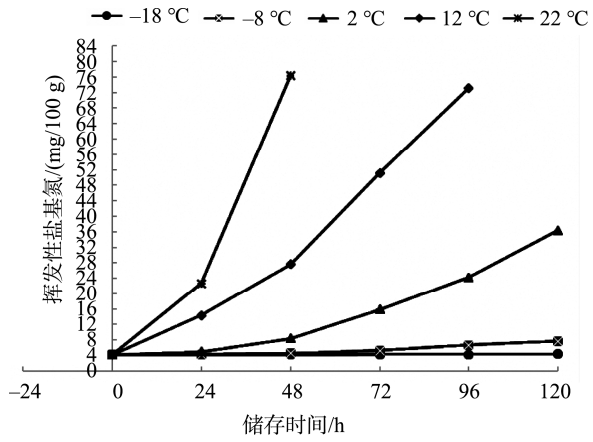

图 2　不同储存温度对滇南小耳猪肉的挥发性盐基氮影响(n=3)

Fig.2　Effect of different storage temperature on volatile basic nitrogen of Diannan small ear pork(n=3)

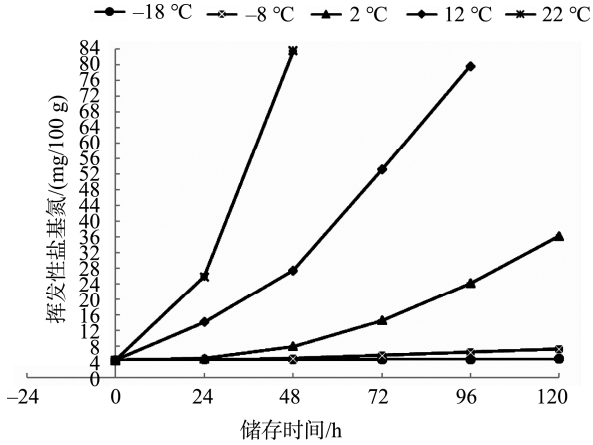

图 3　不同储存温度对太湖猪肉的挥发性盐基氮影响(n=3)

Fig.3　Effect of different storage temperature on volatile basic nitrogen of Tai Lake pork(n=3)

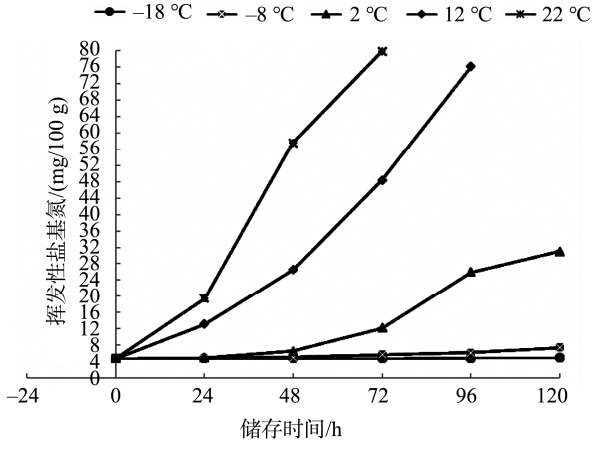

图 4　不同储存温度对大花白猪肉的挥发性盐基氮影响(n=3)

Fig.4　Effect of different storage temperature on volatile basic nitrogen of Dahua white pork(n=3)

偏离度=|实测值-初始值|/初始值。

结果如表 1 所示，样品的存储温度越高，经过相同时间后样品的挥发性盐基氮的检出值偏离初始值越大。总体来看，随贮藏天数增加挥发性盐基氮含量逐渐增加，随存储温度增加挥发性盐基氮含量增加。

3.3 实验数据的验证

由于猪肉的 pH 值也能体现肉质的新鲜度，并且与挥发性盐基氮存在线性关系[15]，能影响其颜色、保水性与肉制品加工损失率及肉制品的质量，因而也是评定猪肉品质的重要指标[16]，为了进一步验证实验数据的有效性，将储存在 2 ℃的 4 种猪肉样品在检测挥发性盐基氮同时测定 pH 值，pH 值与挥发性盐基氮的关系如图 5~8，随着 pH 值的升高，挥发性盐基氮上升，猪肉的 pH 值(X)与挥发性盐基氮(Y)的相关系数分别为 r^2=0.9326、0.9589、0.9317、0.9301，线性相关性明显。并且根据猪肉的 pH 值与其品质的划分，新鲜肉的 pH 值范围为 5.8~6.2，次鲜肉的 pH 值范围为 6.3~6.6，变质肉的 pH 值为≥6.7[17]，样品在第 2 d pH 值均小于 6.60，并未变质，在第 3 d 成为变质肉，与 3.1 中的分析结果一致。因此，猪肉的挥发性盐基氮与 pH 值成线性相关。

表 1 挥发性盐基氮的偏离度(%)

Table 1 Deviation of volatile base nitrogen (%)

种类		存储温度/℃				
		-18	-8	2	12	22
黄淮海黑猪	存储 24 h 偏离度	0.5	0.5	131.8	276.5	481.2
	存储 48 h 偏离度	0.9	0.85	105.7	638.8	1770.6
	存储 72 h 偏离度	1.4	28.0	295.3	1196.5	/
	存储 96 h 偏离度	2.1	59.8	542.4	1716.5	/
	存储 120 h 偏离度	5.4	109.6	838.8	/	/
滇南小耳猪	存储 24 h 偏离度	1.2	4.1	21.3	246.1	446.9
	存储 48 h 偏离度	1.7	10.4	103.1	567.1	1743.5
	存储 72 h 偏离度	2.9	27.8	284.1	1136.5	/
	存储 96 h 偏离度	3.6	61.1	486.2	1668.1	/
	存储 120 h 偏离度	5.6	87.0	778.7	/	/
太湖猪	存储 24 h 偏离度	1.8	2.2	8.2	214	475
	存储 48 h 偏离度	2.7	8	77.2	510.4	1852.3
	存储 72 h 偏离度	3.3	26.2	228.4	1080.0	/
	存储 96 h 偏离度	4.4	43.7	437.3	1656.6	/
	存储 120 h 偏离度	5.5	62.1	704.0	/	/
大花白猪	存储 24 h 偏离度	0.2	2.1	4.1	179.5	315.1
	存储 48 h 偏离度	0.6	6	39.4	464.8	1127
	存储 72 h 偏离度	1.5	20.3	159.7	931.1	/
	存储 96 h 偏离度	2.3	31.3	452.7	1525.6	/
	存储 120 h 偏离度	4.3	58.2	561.2	/	/

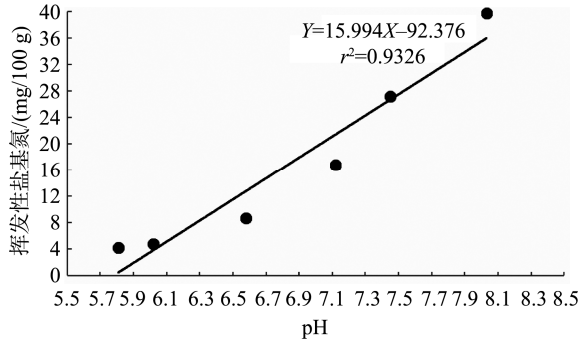

图 5　黄淮海黑猪肉存储过程中 pH 值与挥发性盐基氮的关系

Fig.5　Relationship between Ph value and volatile base nitrogen in Huanghuaihai black pork during storage

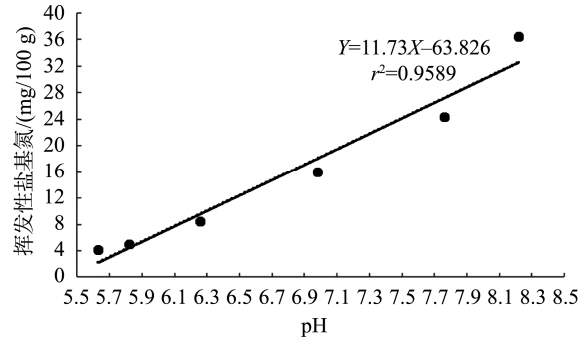

图 6　滇南小耳猪肉存储过程中 pH 值与挥发性盐基氮的关系

Fig.6　Relationship between Ph value and volatile base nitrogen in Diannan small ear pork during storage

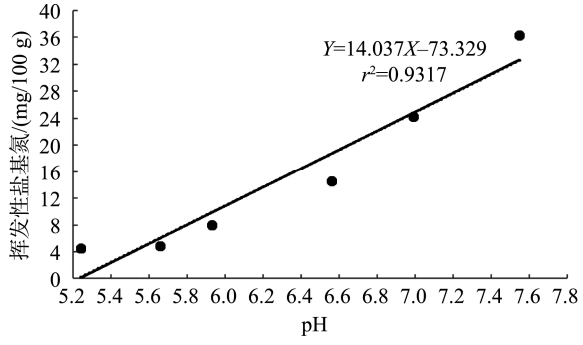

图 7　太湖猪肉存储过程中 pH 值与挥发性盐基氮的关系

Fig.7　Relationship between Ph value and volatile base nitrogen in Tai Lake pork during storage

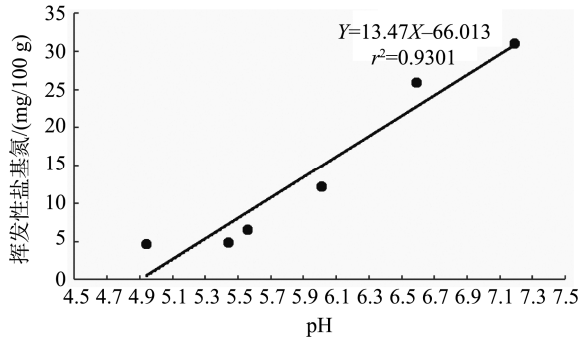

图 8　大花白猪肉存储过程中 pH 值与挥发性盐基氮的关系

Fig.8　Relationship between Ph value and volatile base nitrogen in Dahua white pork during storage

4　结　论

综上所述, 猪肉的腐败变质是一个复杂的过程, 挥发性盐基氮的含量受环境因素的影响很大。在-18 ℃以下冷冻保存条件下, 猪肉中挥发性盐基氮含量在 5 d 内基本不受储存时间影响, 而冷藏和常温条件下都受到储存时间很大的影响。因此, 为准确检测猪肉中挥发性盐基氮含量, 有条件的实验室应在样品到达时即刻进行检验, 当不能及时检验时, 将样品储存于-18 ℃以下冷冻保存并尽快检验。

参考文献

[1] 华佳晨. 提高生猪屠宰检疫质量, 保障肉品安全[J]. 畜牧兽医科技信息, 2019, 506(2): 42–43.
Hua JC. Improve the quality of pig slaughtering quarantine to ensure the safety of meat [J]. Anim Sci Technol Inf, 2019, 506(2): 42–43.

[2] 陈阳楼, 甘泉, 樊成艳. 冷鲜猪肉产品出水问题的初探[J]. 肉类工业, 2010, (9): 18–21.
Chen YL, Gan Q, Fan CY. A preliminary study on the problem of the water-out of chilled pork products [J]. Meat Ind, 2010, (9): 18–21.

[3] 朱亚, 赵永平. 不同浓度茶多酚对冷鲜肉品质和贮藏时间的影响[J]. 陕西农业科学, 2016, (11): 71–74.
Zhu Y. Zhao YP. Effects of different concentrations of tea polyphenols on the quality and storage time of chilled meat [J]. Shaanxi Agric Sci, 2016, (11): 71–74.

[4] 李汝春. 肉新鲜度的理化学检验方法[J]. 肉类工业, 2015, (11): 45–47.
Li RC. Method for physical and chemical examination of meat freshness [J]. Meat Ind, 2015, (11): 45–47.

[5] 巢国强. 肉与肉制品卫生标准的分析方法[M]. 北京: 中国计量出版社, 2006.
Chao GQ. Method for analysis of hygienic standards for meat and meat products [M]. Beijing: China Metrology Press, 2006.

[6] GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法[S].
GB/T 6682-2008 Analysis of laboratory water specifications and test methods [S].

[7] Da MD, Zhou CY, Ge XY, *et al*. The effect of different degrees of superchilling on shelf life and quality of pork during storage [J]. J Food Process Preserv, 2020, (4): 44.

[8] Patchanee P, Tansiricharoenkul K, Buawiratlert T, *et al*. *Salmonella* in pork retail outlets and dissemination of its pulsotypes through pig production chain in Chiangmai and surrounding areas Thailand [J]. Prev Veter Med, 2016, (6): 99–105.

[9] GB 5009.228-2016 食品安全国家标准食品中挥发性盐基氮的测定[S].
GB 5009.228-2016 National food satety standard--Determination of volatile base nitrogen in foods [S].

[10] 范华锋. 半微量定氮法测定挥发性盐基氮的改进[J]. 中国卫生检验杂志, 2002, (1): 83.
Fan HF. Improvement of semi-micrometric method for determination of volatile basic nitrogen [J]. Chin J Health Insp, 2002, (1): 83.

[11] GB 5009. 92-2016 食品安全国家标准 肉与肉制品 钙含量测定[S].
GB 5009. 92-2016 National food satety standard-Meat and meat products-Determination of calcium in food [S].

[12] 卫志篪. 冻白条肉在不同贮藏期的质量检测报告[J]. 食品科学, 1983,

(3): 4–7.
Wei ZC. Quality test report of frozen white strip meat in different storage period [J]. Food Sci, 1983, (3): 4–7.
[13] GB 2707-2016 食品安全国家标准 鲜(冻)畜、禽产品[S].
GB 2707-2016 National food safety standard- Fresh (frozen) livestock and poultry products [S].
[14] 要志宏, 聂相珍. 鲜肉保鲜技术研究进展[J]. 农业与技术, 2016, 36(14): 226–227.
Yao ZH, Nie XZ. Research progress of fresh meat preservation technology [J]. Agric Technol, 2016, 36(14): 226–227.
[15] 胡云峰. 猪肉糜在贮藏过程中的变化规律及新鲜度快速测定方法的研究[J]. 食品研究与开发, 2015, (15): 178–182.
Hu YF. Study on the change rule of pork Surimi during storage and the fast determination method of fresh degree [J]. Food Res Dev, 2015, (15): 178–182.
[16] 廖宜涛, 樊玉霞, 伍学千, 等. 猪肉 pH 值的可见近红外光谱在线检测研究[J]. 光谱学与光谱分析, 2010, (30): 681–684.
Liao YT, Fan YX, Wu XQ, *et al*. Study on on-line detection of pork pH value by visible near infrared spectroscopy [J]. Spectrosc spectral Anal, 2010, (30): 681–684.
[17] 黄捷. 不同气温、放置时间长短对肉制品新鲜度影响的初步探讨[J]. 肉品卫生, 1991, (11): 7–10.
Huang J. Effects of temperature and storage time on freshness of Meat Products [J]. Meat Hyg, 1991, (11): 7–10.

(责任编辑: 韩晓红)

作者简介

王 熹, 助理工程师, 主要研究方向为食品检验中的前处理相关工作。
E-mail: 2424536831@qq.com

“食品实验室质量控制与标准物质”专题

随着食品等领域测量范围和对象的快速增加、仪器精密度的提高以及对更准确和更可靠数据的需求, 高质量的实验室控制要求及标准物质的需求日益增加, 近年来国内外对实验室质量控制及标准物资的研制技术与应用也越来越重视。

鉴于此, 本刊特别策划了“**食品实验室质量控制与标准物质**”专题, 由**学报编委张磊博士(天津阿尔塔科技有限公司)**担任专题主编, 主要围绕(1)国内外实验室质量管理(体系)及不确定度评价、实验室质量控制、实验室能力评价及认证认可; (2)国内外标准物质研制技术规范现状; (3)标准物质在食品安全检测中的应用与需求、不确定度评定与控制研究; (4)标准物质的制备、均匀性和稳定性控制技术; (5)食品安全标准物质发展趋势; (6)高准确度测量方法的研究与开发; (7)标准物质研制中的工作经验; (8)法规对标准物质生产、使用的政策与要求; 其他与标准物质相关的技术和理论研究等问题展开讨论, 计划在 **2020 年 9~10 月**出版。之前也组织过类似的专题, 由中国计量科学研究院张庆合研究员担任专题主编, 成效很不错, 很多研究人员积极参与进来。

鉴于您在该领域的成就, **学报主编国家食品安全风险评估中心吴永宁总技师和专题主编学报编委张磊博士(天津阿尔塔科技有限公司)**特邀请您为本专题撰写稿件, 综述、研究论文、研究简报均可。以期进一步提升该专题的学术质量和影响力。请在 **2020 年 07 月 20 日**前通过网站或 E-mail 投稿。我们将快速处理并经审稿合格后优先发表。

同时烦请您帮忙在同事之间转发一下邮件, 希望您能够推荐该领域的相关专家并提供电话和 E-mail。再次感谢您的关怀与支持!

投稿方式(注明专题**食品实验室质量控制与标准物质**):

网站: www.chinafoodj.com(备注: 投稿请登录食品安全质量检测学报主页-作者登录-注册投稿-投稿选择“专题: **食品实验室质量控制与标准物质**”)

邮箱投稿: E-mail: jfoodsq@126.com(备注: **食品实验室质量控制与标准物质**专题投稿)

《食品安全质量检测学报》编辑部