

鲜(冻)肉中挥发性盐基氮测定方法的改进研究

王文正, 郭长英, 李腾, 丁蕊艳* (山东省农业科学院质量标准研究所, 山东济南 250100)

摘要 [目的]改进鲜(冻)肉样品中挥发性盐基氮的测定方法。[方法]用福斯 8400 全自动定氮仪代替传统国标法 GB/T5009.44—2003 (半微量定氮法)测定鲜(冻)肉类中的挥发性盐基氮,通过方法的改进,对比 2 种方法的测定结果。[结果]改进后的全自动定氮仪方法与原国标法测定结果无显著差异,且改进后检测方法的精确度优于原国标法,同时避免了人工滴定产生的试验误差。[结论]应用全自动定氮仪测定挥发性盐基氮含量,具有操作简单、省时快速、效率高的优点,适合快速检测大批量样品,改进后的方法值得推广应用。

关键词 鲜(冻)肉;挥发性盐基氮;半微量定氮法;全自动定氮仪

中图分类号 TS207 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2018)08-0168-02

Improvement of the Method for Determination of Volatile Base Nitrogen in Fresh (Frozen) Meat

WANG Wen-zheng, GUO Chang-ying, LI Teng et al (Institute of Quality Standards, Shandong Academy of Agricultural Sciences, Jinan, Shandong 250100)

Abstract [Objective]To improve the determination of volatile base nitrogen in fresh (frozen) meat samples. [Method]The volatile nitrogen in fresh (frozen) meat was determined by using the fux 8400 automatic nitrogen meter instead of the traditional national standard GB/T5009.44—2003 (semi micro nitrogen method). The results of two methods were compared by the improvement of the method. [Result]The result of the improved automatic nitrogen determination method was not significantly different from that of the original national standard method, and the accuracy of the improved detection method was better than that of the original national standard method, and at the same time, the experimental error caused by manual titration was avoided. [Conclusion]The application of automatic nitrogen determination instrument had the advantages of simple operation, time saving and high efficiency. It was suitable for rapid detection of large quantities of samples. The improved method was worth popularizing.

Key words Fresh (frozen) meat; Volatile base nitrogen; Half minim nitrogen determination method; Automatic nitrogen determination apparatus

挥发性盐基氮是指动物性食品在腐败过程中,由于细菌和酶作用,使蛋白质分解而产生氨、有机胺等碱性含氮物质,与腐败过程中同时产生的有机酸类结合形成盐基态氮而存在于肉中,因其具有挥发性,故名挥发性盐基氮。挥发性盐基氮值是目前国际上公认的用以评价肉质新鲜程度的理化指标^[1-4]。肉品中挥发性盐基氮的含量随其腐败变质程度的增加而增大,且与肉品腐败程度之间具有明显的相应关系^[4-6]。因此检测动物性食品中挥发性盐基氮的含量,将有助于判定食品的新鲜度和确定食品质量。鲜肉在保存过程中,容易发生腐败变质。变质腐败的肉其营养价值降低,适口性发生改变,同时会产生有毒有害物质,对食用者造成危害^[7-8]。因此,对肉品新鲜度的检验尤为重要,而且越来越受到人们的重视。在 GB/T5009.44—2003^[9]中,半微量定氮法操作比较繁琐、费时,反应池蒸汽出口易被氧化镁颗粒堵塞,引起倒吸,如果遇到滤液较浑浊的样品,还易产生大量泡沫,涌向定氮球,甚至通过冷凝管流向接收瓶,使试验失败。蒸馏后需要人工滴定,不利于大批样品的测定。微量扩散法同样操作繁琐,扩散皿内室易污染,外室边缘易漏气,从而造成试验失败,同样也不利于大批样品的测定。利用全自动凯氏定氮仪来测定鲜(冻)肉中的挥发性盐基氮含量,可实现自动蒸馏、滴定,则操作简单、省时快速,且结果准确可靠,工作效率大为提高,而且适合一次快速检测大批样品;同时避免了由于人工滴定对终点颜色判断的差异而人为造成的试验误差。

经比较,2 种方法测定结果无显著性差异,且改进后检测方法的精确度优于原国标法,所以利用全自动定氮仪测定样品中的挥发性盐基氮,值得推广应用。

1 材料与方法

1.1 样品及处理 选取猪肉和牛肉样品各 6 个,所有样品均来自青岛地区的屠宰场,样品新鲜,符合方法要求。取有代表性的样品除去脂肪,腱后,绞碎搅匀备用。

1.2 半微量定氮法仪器与试剂 半微量定氮器;微量滴定管(最小分度 0.01 mL);千分之一天平。氧化镁混悬液(10 g/L);硼酸吸收液(20 g/L);盐酸标准滴定溶液 $c(\text{HCl}) = 0.010 \text{ mol/L}$;1:1 甲基红(2 g/L)次甲基蓝(1 g/L)混合指示剂。

1.3 全自动定氮仪法仪器与试剂 福斯 8400 全自动定氮仪。1:1 溴甲酚绿(1 g/L)甲基红(1 g/L)混合指示剂;硼酸吸收溶液(10 g/L)。

1.4 分析步骤 称取约 10.0 g 样品,置于锥形瓶中,加 100 mL 水,不时振摇,浸渍 30 min 后,过滤,滤液置冰箱备用。准确吸取 5.0 mL 滤液,按照 GB/T5009.44—2003 的要求,用半微量定氮法测定样品中的挥发性盐基氮含量。

同时准确吸取 5.0 mL 滤液,置于消化管中,迅速加入 5.0 mL 氧化镁混悬液,用福斯 8400 定氮仪测定样品中的挥发性盐基氮含量。硼酸吸收液设定为 30.0 mL,加碱量设定为 0。

1.5 统计分析方法 对每份样品 6 次重复测定结果求均值作为该样品的挥发性盐基氮实际含量,6 次重复测定结果的标准差反映该方法的测定精确度,标准差越小表明多次测定结果间的差别越小,测定精确度越高。2 种测量方法测定结果的相关性采用 Pearson 相关分析,测定结果间差别比较采用配对设计 t 检验。所有统计分析均采用 SPSS 20.0 完成,

基金项目 山东省农业科学院青年科研基金项目(2016YQN46)。
作者简介 王文正(1965—),女,山东菏泽人,研究员,从事农产品质量安全检测研究。*通讯作者,副研究员,从事农产品质量安全检测研究。
收稿日期 2017-11-20

显著性水准 α 为 0.05。

2 结果与分析

每个样品分别用半微量定氮法和全自动定氮仪同时测定其挥发性盐基氮含量,每个方法做 6 次平行测定,结果见表 1 和表 2。

2 种方法测定结果的相关分析散点图见图 1,相关系数 r 为 0.998 3, $P < 0.000 1$,说明 2 种测定方法的结果具有良好的正相关。

2 种方法 6 次测定结果的平均值进行配对设计 t 检验, $t = 0.62$, $P = 0.545 1$,表明 2 种方法的测定结果无差别;同时对标准差进行配对设计 t 检验, $t = 6.37$, $P < 0.000 1$,表明 2 种测定方法多次测定精确度间的差别有统计学意义。结合表 1 和表 2 的测定结果,全自动定氮仪测定结果的精确度优

于半微量定氮法。

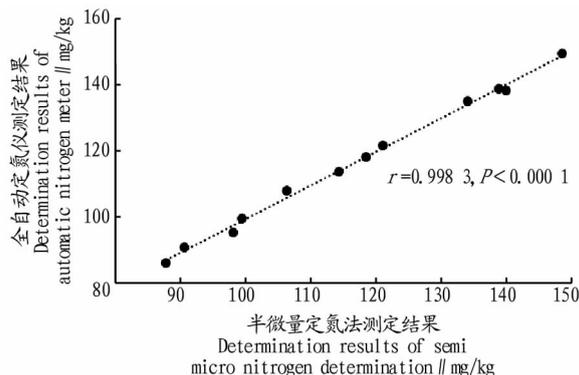


图 1 2 种方法测定结果的散点图

Fig. 1 Scatter plot of two methods for measuring results

表 1 半微量定氮法挥发性盐基氮测定结果

Table 1 Determination result of volatile salt based nitrogen by semi micro nitrogen method

mg/kg

样品序号 Sample No.	平行 1 Parallel 1	平行 2 Parallel 2	平行 3 Parallel 3	平行 4 Parallel 4	平行 5 Parallel 5	平行 6 Parallel 6	平均值 Average value	标准差 Standard deviation
猪肉 1Pork 1	86.8	87.9	85.9	89.6	86.0	90.1	87.7	1.8
猪肉 2Pork 2	112.2	113.7	112.9	116.2	115.8	114.6	114.2	1.6
猪肉 3Pork 3	135.0	136.3	131.9	137.2	132.6	131.1	134.0	2.5
猪肉 4Pork 4	140.8	139.2	138.7	137.0	141.5	142.2	139.9	1.9
猪肉 5Pork 5	107.6	105.8	102.7	104.3	108.5	108.7	106.3	2.4
猪肉 6Pork 6	96.6	100.2	98.2	95.9	98.0	99.3	98.0	1.6
牛肉 1Beef 1	150.5	148.9	150.1	148.1	147.0	146.3	148.5	1.7
牛肉 2Beef 2	138.5	139.2	135.6	140.0	137.3	141.9	138.8	2.2
牛肉 3Beef 3	91.9	88.7	89.6	87.4	93.3	92.1	90.5	2.3
牛肉 4Beef 4	97.1	99.7	100.6	101.5	99.2	98.4	99.4	1.6
牛肉 5Beef 5	118.7	119.9	121.5	123.2	120.6	121.7	120.9	1.6
牛肉 6Beef 6	120.8	118.4	117.2	119.3	116.9	118.0	118.4	1.4

表 2 全自动定氮仪挥发性盐基氮测定结果

Table 2 Determination result of volatile salt based nitrogen by full automatic nitrogen meter

mg/kg

样品序号 Sample No.	平行 1 Parallel 1	平行 2 Parallel 2	平行 3 Parallel 3	平行 4 Parallel 4	平行 5 Parallel 5	平行 6 Parallel 6	平均值 Average value	标准差 Standard deviation
猪肉 1Pork 1	85.3	86.6	85.0	87.1	88.2	85.0	86.1	1.2
猪肉 2Pork 2	113.6	114.9	115.1	113.3	112.0	112.9	113.6	1.1
猪肉 3Pork 3	136.7	134.8	133.4	135.3	136.0	132.8	134.8	1.4
猪肉 4Pork 4	138.6	136.7	139.1	136.9	138.2	139.5	138.2	1.0
猪肉 5Pork 5	109.0	108.7	105.5	106.2	108.9	109.5	108.0	1.5
猪肉 6Pork 6	93.7	95.6	96.1	95.0	94.3	96.9	95.3	1.1
牛肉 1Beef 1	147.7	150.3	149.8	148.7	148.0	151.0	149.2	1.2
牛肉 2Beef 2	137.3	139.8	137.8	138.7	139.7	139.0	138.7	0.9
牛肉 3Beef 3	92.6	89.8	89.0	88.4	91.3	93.7	90.8	1.9
牛肉 4Beef 4	97.1	99.7	100.6	101.5	99.2	98.4	99.4	1.4
牛肉 5Beef 5	120.5	121.2	121.9	120.2	123.1	122.9	121.6	1.1
牛肉 6Beef 6	118.5	117.0	119.6	116.9	117.2	119.9	118.2	1.2

3 结论

应用全自动定氮仪测定鲜(冻)肉中挥发性盐基氮含量,相比传统国标方法,测定结果无差别,且测定结果的精确度更好,同时还具有操作简单、省时快速、效率高的优点,适合快速检测大批量样品。因此,改进后的方法值得推广应用。

参考文献

[1] 蒋立凤,叶扣贯. 猪肉在冻藏中挥发性盐基氮含量的变化[J]. 肉类工业,2001(12):17-18.
 [2] 郭亚萍,张永春,陈宇. 鲜肉中挥发性盐基氮含量测定的不确定度评定[J]. 北京工商大学学报(自然版),2011,29(2):37-40.
 [3] 高士昌,佟德永,孙建华. 肉在鲜腐过程中总挥发性盐基氮变化规律性

的分析[J]. 肉品卫生,1996(11):17-19.

[4] 李清亚,罗宗林,王育才. 判断畜肉鲜度的简易理化方法[J]. 解放军预防医学杂志,1993(1):63-64.
 [5] 彭杨思,刘培,章骅. 肉与肉制品中挥发性盐基氮测定方法的比较[J]. 食品研究与开发,2016,37(4):152-154.
 [6] 潘晓倩,赵燕,张顺亮,等. 新鲜牛肉冷藏过程中挥发性成分的变化[J]. 肉类研究,2016(3):15-19.
 [7] 李汝春,鞠雷,葛爱民. 肉新鲜度的理化学检验方法[J]. 肉类工业,2015(11):45-47.
 [8] 孙媛媛,张蕾. 猪肉新鲜度指示卡的研究[J]. 包装工程,2013(5):29-33.
 [9] 中国国家标准化管理委员会. 肉与肉制品卫生标准的分析方法:GB/T 5009.44—2003[S]. 北京:中国标准出版社,2003.