

不同方式干燥广式腊肠的干燥模型及品质特性研究

Drying models and quality characteristics of Cantonese sausages in different ways

林婷婷¹ 曾晓房¹ 董华发² 吴镔诗¹

LIN Ting-ting¹ ZENG Xiao-fang¹ DONG Hua-fa² WU Man-shi¹

卓献荣¹ 董浩¹ 白卫东¹

ZHUO Xian-rong¹ DONG Hao¹ BAI Wei-dong¹

(1. 仲恺农业工程学院轻工食品学院, 广东 广州 510225; 2. 广东温氏佳味食品有限公司, 广东 广州 527400)

(1. College of Light Industry and Food Technology, Zhongkai University of Agriculture and Engineering, Guangzhou, Guangdong 510225, China; 2. Guangdong Wenshi Jiawei Food Co., Ltd., Guangzhou, Guangdong 527400, China)

摘要:通过物理调控方式对广式腊肠进行干燥处理,以热风干燥为对照,研究低温+红外辐射和低温+红外+紫外辐射对广式腊肠干燥过程中水分、亚硝酸盐、色泽、脂肪氧化等理化指标和质构的影响。结果表明:在低温+红外和低温+红外+紫外环境下 Page 模型能较好地模拟其干燥过程;多个理化指标的动态变化与热风干燥的有明显区别,明度值和红度值都比热风干燥的高,但成品的亚硝酸盐残留量等指标都在 GB 5009.33—2010 的正常范围内。在低温+红外和低温+红外+紫外干燥环境下腊肠的酸价分别为 2.31, 2.45 mg/g, 过氧化值分别为 0.019, 0.018 g/100 g。以热风干燥工艺为对照,低温+红外辐射和低温+红外+紫外辐射均能增加腊肠的硬度、弹性、胶黏性和咀嚼性,硬度分别为 49.3, 47.4 N;弹性分别为 4.86, 4.69 mm;胶黏性分别为 27.1, 25.7 N;咀嚼性分别为 131.71, 120.45 mJ。说明在低温环境下用红外和紫外辐射进行干燥处理可以提高广式腊肠的口感、色泽和质构特性,在低温+红外辐射环境下效果最佳。

关键词:红外辐射;紫外辐射;广式腊肠;Page 模型

Abstract: Cantonese sausage was dried by various physical control modes in the present work. Hot air drying was selected as the control, and the effects of different drying methods, i.e. low temperature combining infrared radiation, and low temperature com-

bing both infrared and ultraviolet radiations, on the moisture, nitrite, color and lustre, fat oxidation and other physical and chemical index and texture of Cantonese sausage during drying process were investigated. Significant differences were observed on the physical and chemical index for Cantonese sausage with different drying processes, but the nitrite residue and other indicators of the finished product were within the normal scope of GB. The drying process of Cantonese sausage could be favorably simulated by Page model, lightness and redness values were higher than those of hot air drying. The acid value was 2.31 mg/g and 2.45 mg/g, and the peroxide values are about 0.019 g/100 g and 0.018 g/100 g, respectively under the two different methods. Compared to the hot-air drying process, both the two methods mentioned above could increase the hardness, elasticity, tackiness and chewability of sausages. The hardness was 49.3 N and 47.4 N, and the elasticity was 4.86 mm and 4.69 mm, respectively. The tackiness was 27.1 N and 25.7 N, and the chewiness was 131.71 mJ and 120.45 mJ, respectively. Our results indicated that drying with infrared and ultraviolet radiation in low temperature environment could improve the taste, color and texture characteristics of Cantonese sausages, and the method of low temperature combining infrared radiation worked better.

Keywords: infrared radiation; ultraviolet radiation; Cantonese sausage; page model

基金项目:国家重点研发计划项目(编号:2016YFD0401500);广州市科技计划项目(编号:201704020028);广东省科技计划项目(编号:2016B090920097)

作者简介:曾晓房(1979—),男,仲恺农业工程学院教授,硕士生导师,博士。E-mail: xiaofang_zeng2015@163.com

收稿日期:2019-11-06

广式腊肠主要以猪肉为原料,配以辅料,灌入天然或人造肠衣再经晾晒或烘烤而成,其特点是肥膘切丁以及辅料白砂糖和曲酒^[1]。因外观诱人、红白分明、肠体油润、腊香浓郁、咸甜适口、营养丰富、易贮存等特点,广式

腊肠广受珠江三角洲和东南亚地区消费者的喜爱和欢迎,是粤菜烹调的特色食材之一^[2]。

自然晾晒风干是广式腊肠的传统干制工艺,产品晾晒时需要低温低湿的环境,时间长且易受蚊蝇叮咬,下雨天还可能导致产品长霉变质。风干腊肠属于自然发酵肉制品,与人工发酵肉制品的差别在于发酵条件(气候因素)的不确定性^[3]。广式腊肠是一种半干腌肉制品,在加工过程中大分子蛋白质和脂肪被酶解成小肽和脂肪酸,形成其独特风味^[4-5]。

人工环境模拟不受地理环境、季节、气候的限制,是通过模拟大自然中的气象,单因子或多因子的调节、控制物体所处的小气候环境,人工营造和组合适合的或有害的气候条件的方法,在食品工业中发挥了重要作用^[6-8]。干燥工艺是腊肠加工过程中一个重要的环节,它会影响腊肠的口感、风味、质量等,目前主要有热风干燥和冷风干燥^[9-10]。目前国内外对于广式腊肠干燥方式的研究主要集中在热风干燥对腊肠品质特性的影响^[11],而红外辐射和紫外辐射的干燥方式对广式腊肠品质特性的影响还尚未见研究报道。试验拟通过人工模拟干燥环境,对腊肠干燥程度、干燥速率、干燥效果进行有效的控制,研究人工条件下干燥产品的理化性质、脂质水解氧化特性和质构等的变化,以期对风干腊肠的加工建立人工气候和质量安全控制提供基础数据和技术参考。

1 材料与方法

1.1 试验材料及设备

1.1.1 试验材料

肥肉、优质瘦肉、食盐、味精、白砂糖、大豆蛋白粉:市售;

草绳、肠衣:广州皇上皇有限公司;

汾酒:山西杏花村汾酒厂股份有限公司。

1.1.2 试剂

亚硝酸钠、三聚磷酸钠、六偏磷酸钠、焦磷酸钠:食品级,天津市致远化学试剂有限公司;

可溶性淀粉、冰醋酸、酚酞、硫代硫酸钠、三氯甲烷、石油醚、氢氧化钾、碘化钾、无水乙醇、乙醚、邻苯二甲酸氢钾:分析纯,市售;

试验用水为超纯水。

1.1.3 仪器

灌肠机:SF-L型,广东恒联食品机械有限公司;

绞肉机:TJ12-H型,广东恒联食品机械有限公司;

电热恒温鼓风干燥箱:DHG-9140A型,黄石市恒丰医疗器械有限公司;

质构仪:MS-PRO型,美国FTC公司;

快速水分测定仪:MOC63U型,上海皖衡电子仪器有限公司;

分光测色仪:NS800型,深圳市三恩时科技有限公司;

紫外—可见分光光度计:uv759型,上海精密科学仪器有限公司;

红外灯:HP3643型,韩国Philips公司;

紫外灯:FY-30DC型,韩国Philips公司。

1.2 试验方法

1.2.1 广式腊肠制作工艺流程

瘦肉绞碎→拌入辅料腌制→肥肉切粒、去浮油→与瘦肉混匀、拌料→灌肠→扎针→扎草、束绳→清洁肠体表面→干燥(热风干燥、低温+红外辐射、低温+红外+紫外线辐射)→成品

1.2.2 干燥工艺

(1) 热风干燥工艺:将腊肠置于52℃的鼓风恒温干燥箱中干燥4h,然后调换腊肠的位置(使其烘烤均匀),并将干燥温度调至58℃,继续干燥4h后将温度降回52℃再干燥34h即可。

(2) 低温+红外辐射:将腊肠晾挂在人工环境模拟实验室,室内温度保持在5℃左右,红外灯装置开3盏(灯管功率500W),灯管到肠体距离27cm,腊肠挂钩保持旋转状态,干燥68~72h。

(3) 低温+红外+紫外线辐射:将腊肠晾挂在人工环境模拟实验室,室内温度保持在5℃左右,开3盏红外灯(灯管功率500W),灯管到肠体距离27cm,腊肠挂钩保持旋转状态,并打开1盏紫外灯(灯管功率60W)进行照射,干燥68~72h。

1.2.3 水分的测定 精确称取已绞碎的腊肠3.00g,均匀放置在已预热1h的快速水分测定仪样品盘上,采取自动停止模式测定水分,设置温度为150℃,待测定结束后读取数据,重复试验两次,取平均值。

广式腊肠水分比按式(1)计算:

$$MR = M_t / M_0, \quad (1)$$

式中:

MR ——广式腊肠的水分比,g/g;

M_0 ——初始水分含量,g/g;

M_t —— t 时刻时的含水量,g/g^[12]。

干燥速率按式(2)计算:

$$Dr = \frac{M_t - M_{t+\Delta t}}{\Delta t}, \quad (2)$$

式中:

Dr ——干燥速率,g/(g·h);

M_t 、 $M_{t+\Delta t}$ ——分别为 t 、 $t+\Delta t$ 时刻的水分含量,g/g。

1.2.4 亚硝酸盐含量的测定 按GB 5009.33—2010的盐奈酸乙二胺法执行。

1.2.5 过氧化值的测定 称取粉碎的腊肠30g于锥形瓶中,用石油醚浸泡淹没表面,浸泡过夜。将石油醚提取液于旋转蒸发器提取,得到脂肪试样备用,按GB 5009.227—2016的方法测定过氧化值。

1.2.6 酸价的测定 取1.2.5中的脂肪试样备用液,按

GB 5009.229—2016 的方法测定酸价。

1.2.7 色差的测定 参照文献[13]的方法采用 NS800 分光测色仪进行分析。将腊肠切成 1 cm 厚的柱体,样品的被测部位对准镜头口,在腊肠的不同部位取 4 个样品进行测定,分别记录其亮度值(L)和红度(a),重复试验 3 次,取平均值。

1.2.8 质构的测定 参照文献[14]的方法采用 MS-PRO 质构仪测定。选用 P/36R 探头对样品进行 2 次 70%的挤压。测前速度 2 mm/s,测中速度 2 mm/s,测后速度 2 mm/s,压缩程度 70%,停留时间 5 s。从不同部位取 3 个样品,样品为高 20 mm 的圆柱体。由 TPA 曲线可得到硬度、咀嚼性、胶黏性和弹性参数。

1.3 数据分析

所有试验平行 3 次结果取平均值,采用 Excel 软件处理数据,数据统计分析采用 SPSS 19.0 数据处理软件;所有分析图均采用 Origin 9.0 软件绘制。

2 结果与讨论

2.1 干燥方式对广式腊肠干燥过程中水分含量的影响

2.1.1 干燥特性 广式腊肠的干燥过程并非单纯的脱水过程^[15]。它涉及到腊肠品质的多种物理化学反应,如色泽、风味的形成等。如图 1 所示,热风干燥环境下的腊肠,干燥前期水分比迅速下降,由 1.000 减少到 0.604;干燥中期水分比下降速率减慢;干燥后期曲线趋于平缓,水分比变化小。低温+红外辐射和低温+红外+紫外辐射下的腊肠,水分比变化趋势大致相同,在前 55 h 呈直线下降趋势,下降速率基本相似;至 55 h 后曲线平缓,结束时两种干燥环境下腊肠的水分比都达到 0.250 左右。低温+

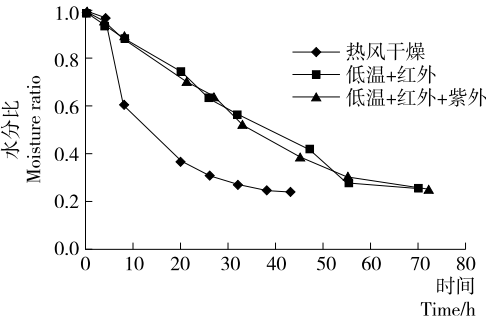


图 1 不同环境下广式腊肠干燥曲线
Figure 1 Drying curves of cantonese sausage in different drying processes

红外辐射和低温+红外+紫外辐射工艺的总干燥效率较低,脱水过程相对缓慢,用时较长,且紫外辐射对广式腊肠的干燥影响不明显。

2.1.2 干燥模型拟合 以菲克第二定律为基础建立起的薄层干燥模型常用于描述物料的热质传递过程。为了描述广式腊肠干燥过程的脱水规律,采用 Newton(指数模型)、Page、Henderson and Pabis(单 项 扩 散 模 型)、Logaritlunic、Two-Term 和 Wang and Singh 6 个常用的薄层干燥经验模型对干燥时间与水分比的干燥曲线(图 1)进行拟合,结果如表 1~3 所示。

通过比较模型的拟合结果可知,在热风干燥环境中 Two-Term 模型的拟合程度最大,Page 模型在低温+红外环境和低温+红外+紫外环境中有较高的拟合度,能较好地模拟广式腊肠的干燥过程。各环境条件的干燥动力学公式:

表 1 热风干燥广式腊肠的干燥模型拟合结果

Table 1 Fitting result of drying model of hot air drying cantonese sausage

模型名称	模型方程式	参数	R ² 值
Newton	$MR = \exp(-kt)$	$k = 0.042$	0.944
Page	$MR = \exp(-kt^n)$	$k = 0.056, n = 0.912$	0.947
Henderson and Pabis	$MR = a \times \exp(-kt)$	$k = 0.043, a = 1.009$	0.944
Logaritlunic	$MR = a \times \exp(-kt) + c$	$k = 0.073, a = 0.870, c = 0.186$	0.963
Two-Term	$MR = a \times \exp(-k_0t) + b \times \exp(-k_1t)$	$k_0 = 0.057, k_1 = -0.049, a = 1.030, b = 0.019$	0.966
Wang and Singh	$MR = 1 + at + bt^2$	$a = -0.042, b = 0.001$	0.962

表 2 低温+红外干燥广式腊肠的干燥模型拟合结果

Table 2 Low-temperature + IRD drying model fitting results of cantonese sausage

模型名称	模型方程式	参数	R ² 值
Newton	$MR = \exp(-kt)$	$k = 0.019$	0.982
Page	$MR = \exp(-kt^n)$	$k = 0.009, n = 1.209$	0.992
Henderson and Pabis	$MR = a \times \exp(-kt)$	$k = 0.020, a = 1.029$	0.985
Logaritlunic	$MR = a \times \exp(-kt) + c$	$k = 0.012, a = 1.365, c = -0.354$	0.990
Two-Term	$MR = a \times \exp(-k_0t) + b \times \exp(-k_1t)$	$k_0 = 0.020, k_1 = -0.020, a = 0.561, b = 0.467$	0.985
Wang and Singh	$MR = 1 + at + bt^2$	$a = -0.016, b = 6.786$	0.991

表 3 低温+红外+紫外辐射干燥广式腊肠的干燥模型拟合结果

Table 3 Low temperature + IR + UV radiation drying model fitting results of cantonese sausages

模型名称	模型方程式	参数	R ² 值
Newton	$MR = \exp(-kt)$	$k = 0.019$	0.988
Page	$MR = \exp(-kt^n)$	$k = 0.011, n = 1.160$	0.994
Henderson and Pabis	$MR = a \times \exp(-kt)$	$k = 0.020, a = 1.029$	0.991
Logaritlunlc	$MR = a \times \exp(-kt) + c$	$k = 0.017, a = 1.138, c = -0.117$	0.992
Two-Term	$MR = a \times \exp(-k_0t) + b \times \exp(-k_1t)$	$k_0 = 0.020, k_1 = -0.020, a = 0.490, b = 0.539$	0.991
Wang and Singh	$MR = 1 + at + bt^2$	$a = -0.017, b = 8.732$	0.993

(1) 热风干燥:

$MR = 1.03\exp(-0.057t) + 0.019\exp(0.049t)$ 。(3)

(2) 低温+红外干燥:

$MR = \exp(-0.009t^{1.209})$ 。(4)

(3) 低温+红外+紫外干燥:

$MR = \exp(-0.011t^{1.16})$ 。(5)

2.2 干燥方式对广式腊肠干燥过程中亚硝酸盐残留量的影响

适量地加入亚硝酸钠可使产品色泽鲜艳,风味独特,还可抑制肉毒杆菌的生长。由图 2 可见,经热风干燥的腊肠,前期亚硝酸盐含量急剧升高;干燥至 28 h,亚硝酸盐含量由 44.73 mg/kg 减少至 9.78 mg/kg;干燥后期缓慢下降,成品亚硝酸盐残留量为 7.53 mg/kg。经低温+红外辐射的腊肠,在前 8 h 亚硝酸盐含量升高至 45.17 mg/kg,后快速下降,干燥后期(43~70 h)缓慢减少,成品亚硝酸盐残留量为 14.17 mg/kg。经低温+红外+紫外辐射的腊肠,在干燥初期(0~8 h)亚硝酸盐含量升高,在 8~55 h 持续稳定下降,成品亚硝酸盐残留量为 13.79 mg/kg。

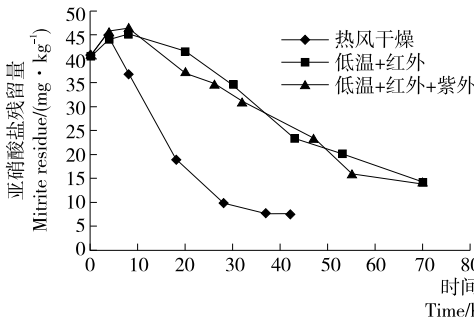


图 2 干燥方式对腊肠干燥过程中亚硝酸盐残留量的影响
Figure 2 Changes of nitrite residues in dried sausages by physical regulation

对比图 1 分析可认为水分蒸发是亚硝酸盐残留量升高的主要因素,但亚硝酸盐参与了发色反应,总体为减少趋势。3 种干燥条件下腊肠的亚硝酸盐残留量在干燥前期都是先升高后下降,但下降速率有明显区别。可能是热风干燥环境比人工环境温度高,亚硝酸盐分解快。亚

硝酸盐在微酸条件下形成亚硝酸,亚硝酸不稳定分解出亚硝基,亚硝基与原料肉中的肌红蛋白反应产生亚硝基肌红蛋白,亚硝基肌红蛋白预热后放出巯基生成具有鲜红色的稳定的亚硝基血色原,在腊肠中起到发色作用。另外两种物理调控环境下腊肠的亚硝酸盐含量下降的趋势相对缓慢,且亚硝酸盐的最终残留量相接近,都比热风干燥的要高。

2.3 干燥方式对广式腊肠干燥过程中色泽的影响

图 3(a)表明,在热风干燥环境下,腊肠的明度值由 47.92 下降到 27.23,干燥前 28 h 急剧下降;后期下降趋势变缓。低温+红外环境辐射下腊肠的明度值在前中期下降得较明显,后期变化平缓,总体上呈上升趋势,终产品红度值为 10.21。低温+红外+紫外辐射下腊肠的明度值在干燥前期减少,在 20~32 h 变化平缓,中后期缓慢下降。由图 3(b)可知,在热风干燥环境下,广式腊肠的红度值在前半段时间呈上升趋势,后半段时间变化不大,最终红度值为 8.6。低温+红外+紫外辐射下腊肠的红度值先是快速增加,中期变化不大,此时与明度值的变化趋势相似;但干燥后期又呈上升趋势,终产品红度值为 9.74。

由图 3 可看出,热风干燥环境下腊肠色泽的变化主要发生在烘烤的前半段时间,推测其发色主要是在烘烤的前期和中期,至 23 h 左右发色基本完成。在低温+红外环境下,广式腊肠在第 8 h 开始发色,此时亚硝酸盐含量不断减少,红度值一直在增加,说明红度值的变化与亚硝酸盐含量变化有关;同样因为亚硝酸盐减少的速率比热风干燥的低,造成发色速率较低。低温+红外+紫外辐射环境下腊肠发色基本在前期完成,与热风干燥的相近;中后期腊肠的发色速率降低,与亚硝酸盐减少的速率相似。在低温+红外环境和低温+红外+紫外辐射环境下的腊肠的亚硝酸盐终含量、明度值和红度值均比热风干燥的大,这两种人工环境下成品的明度值和红度值均相差不大。

2.4 干燥方式对广式腊肠干燥过程中脂肪氧化的影响

肉制品在腌制干燥过程中,脂肪会发生水解和氧化反应,产生游离脂肪酸、醛、醇等物质,使腊肠产生特殊风味,增加腊肠的香气,被认为是腌腊肉制品风味形成的主

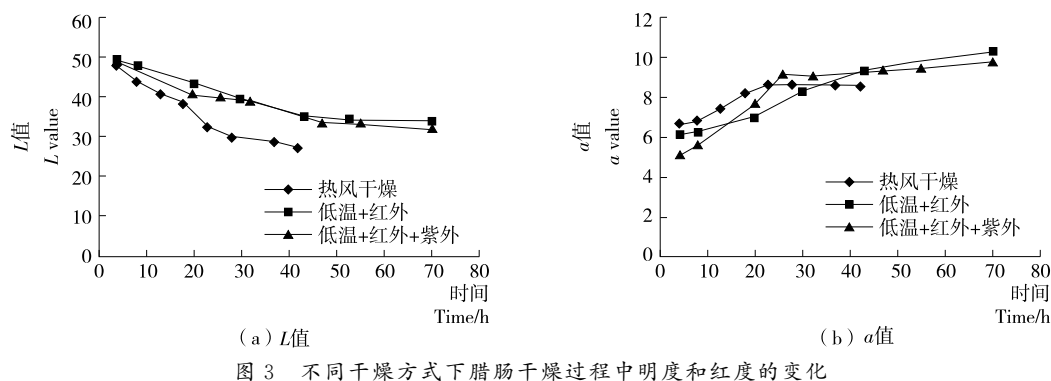


Figure 3 Changes of brightness and red degree during sausage drying under different physical regulation

要途径之一^[16-17]。如图 4(a) 所示, 热风干燥环境下, 烘烤前期腊肠的酸价上升缓慢, 中期迅速上升至 1.36 mg/g, 至烘烤结束酸价仍呈上升趋势。在低温+红外辐射和低温+红外+紫外辐射环境下, 前期酸价变化不大, 然后逐渐提高, 到中后期酸价上升趋势明显, 且至干燥结束时这两种环境下腊肠的酸价相近。

如图 4(b) 所示, 3 种环境下制作的腊肠的过氧化值出现波动性变化。在干燥开始时由于温度高而促进脂肪的氧化, 中间产物不断生成和累积进而分解成小分子物

质, 腊肠的过氧化值下降。热风干燥环境下, 腊肠的过氧化值先快速上升, 后以一定的速率下降, 最终过氧化值为 0.012 g/100 g 左右。在低温+红外环境下的广式腊肠, 红外辐射使腊肠内部快速产生热效应, 过氧化值总体呈上升趋势, 最终过氧化值为 0.019 g/100 g 左右。在低温+红外+紫外辐射环境下腊肠最终的过氧化值为 0.018 g/100 g 左右。原料品质或加工条件控制不当, 则会诱使脂肪和蛋白质过度氧化产生大量有害的过度氧化产物, 对腊肠风味呈现和消费者健康带来潜在危害^[18]。

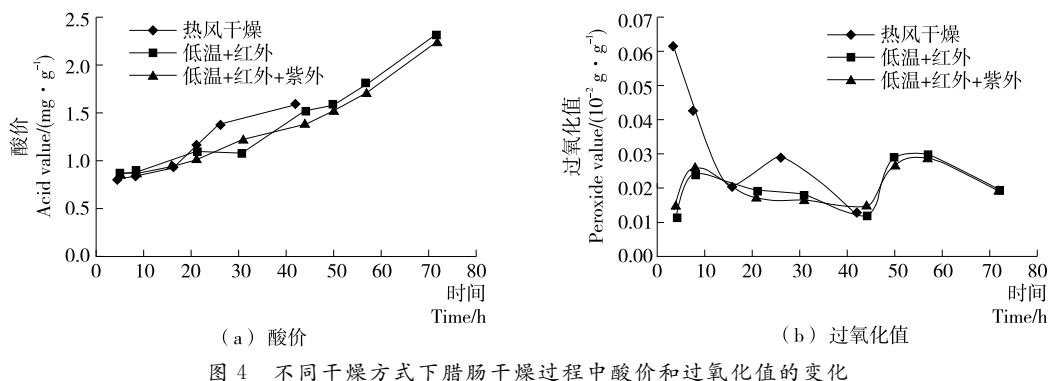


Figure 4 Changes of acid value and peroxide value during drying of sausage under different physical regulation

2.5 干燥方式对广式腊肠质构的影响

肉类制品的质构特性是影响肉类制品口感的重要指标。在腊肠的干燥过程中, 除了发生生物化学反应和微生物变化, 还伴随着硬度、胶黏性、咀嚼性和弹性等的变化。

如图 5(a) 所示, 低温+红外辐射条件下腊肠成品的硬度值为 49.3 N, 而低温+红外+紫外辐射条件下的为 47.4 N, 热风干燥条件下的硬度最小。产品含水率低于 21.5% 时, 硬度会随水分含量的下降而减小^[19]。结合图 1 分析, 低温+红外环境的腊肠水分含量最高, 可能是其硬度最大的原因。刘成国等^[20]研究发现升温干燥模式能明显提高腊肠的硬度。Pawlak 等^[21]研究表明硬度与咀嚼性呈极显著正相关。腊肠的咀嚼性在热风干燥环境下为

53.11 mJ, 在低温+红外和低温+红外+紫外环境下分别为 131.71, 120.45 mJ。由此可见, 低温+红外和低温+红外+紫外辐射能提高广式腊肠的硬度和咀嚼性。

由图 5(b) 可得, 在低温+红外干燥条件下的腊肠成品的胶黏性和弹性最大, 分别为 27.1 N 和 4.86 mm; 低温+红外+紫外辐射条件次之, 胶黏性和弹性分别为 25.7 N 和 4.69 mm; 胶黏性和弹性最小的是热风干燥工艺。在热风干燥阶段, 腊肠因高温烘烤而水分大量散失, 肠体变得坚硬, 脆性增加, 此时腊肠弹性下降。刘成国等^[20]研究发现干燥后腊肠的弹性下降, 脆性升高, 水分含量基本稳定。在低温条件下, 腊肠接受红外辐射, 肠体内部产生热效应而温度又不会过高, 内部的物理化学反应较温和, 可能是腊肠具有较好弹性的原因。与热风干燥

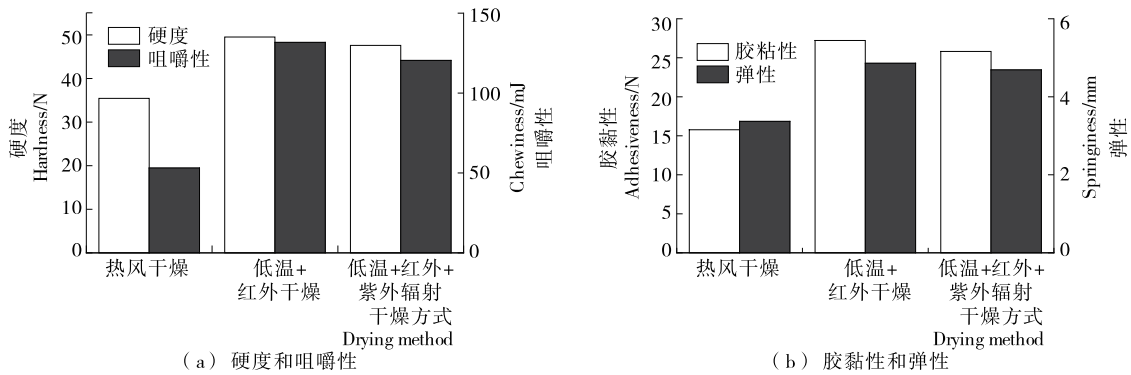


图5 不同干燥环境下广式腊肠硬度、咀嚼性、胶黏性和弹性的变化

Figure 5 Changes of hardness, chewiness, gum viscosity and elasticity in cantonese sausage under different drying conditions

相比,低温+红外和低温+红外+紫外辐射可能对广式腊肠的胶黏性和弹性有增加作用,而红外辐射对腊肠的作用较明显。

3 结论

研究表明,低温+红外和低温+红外+紫外辐射均会增加腊肠的亚硝酸盐残留量、酸价和过氧化值,但总体干燥效率相对较低,水分变化小,成品的指标都在 GB 5009.33—2010 的正常范围内。以热风干燥工艺为对照,低温+红外和低温+红外+紫外辐射均能增加腊肠的硬度、弹性、胶黏性和咀嚼性,提升腊肠的色泽和质构特性,红外辐射对产品质构影响较明显。该研究增加了广式腊肠的干燥工艺,这两种新的干燥工艺同样影响广式腊肠的风味,这也是后期试验亟待研究的问题。

参考文献

- [1] 朱定和, 朱凌, 肖仔君, 等. 广式腊肠的营养成分分析[J]. 现代食品科技, 2014, 30(1): 160-164.
- [2] SUN Wei-zheng, ZHAO Mou-ming, ZHAO Hai-feng, et al. Effect of manufacturing level on the biochemical characteristics of Cantonese sausage during processing[J]. Journal of Food Biochemistry, 2011, 35(4): 1 015-1 033.
- [3] 刘倩, 高澄宇, 黄金发, 等. 鲍鱼冷风干燥和自然晾晒试验的比较分析[J]. 渔业现代化, 2012, 39(4): 42-47.
- [4] QIU Chao-ying, ZHAO Mou-ming, SUN Wei-zheng, et al. Changes in lipid composition, fatty acid profile and lipid oxidative stability during Cantonese sausage processing [J]. Meat Science, 2013, 93(3): 525-532.
- [5] XING Lu-juan, HU Ya-ya, HU Hong-yan, et al. Purification and identification of antioxidative peptides from dry-cured Xuanwei ham[J]. Food Chemistry, 2016, 194: 951-958.
- [6] 王健君, 王伟, 赵丽娜, 等. 东北地区香蕉设施栽培技术[J]. 黑龙江农业科学, 2017(9): 142-144.
- [7] 孟庆龙, 王元, 李彦鹏. 微气候环境模拟实验室用温度控制系统设计[J]. 控制工程, 2015, 22(1): 170-175.
- [8] WAN Bing-liang, ZHA Zhong-ping, YIN De-suo, et al. Tolerance of a restorer line R1056 to high temperature and its application in rice breeding[J]. Agricultural Science & Technology, 2015, 16(12): 2 618.
- [9] JIN Guo-feng, HE Li-chao, LI Cheng-liang, et al. Effect of pulsed pressure-assisted brining on lipid oxidation and volatiles development in pork bacon during salting and drying-ripening [J]. LWT-Food Science and Technology, 2015, 64(2): 1 099-1 106.
- [10] CHEN Wan-zhu, RUI Han-ming, YUAN Hai-tao, et al. Analysis of dynamic chemical changes in Chinese cantonese sausage: Factors influencing content of nitrite and formation of flavor substances[J]. Journal of Food Engineering, 2007, 79(4): 1 191-1 195.
- [11] 杨锡洪, 伍宏伟, 程雨晴, 等. 广式腊肠加工新技术研究进展[J]. 食品与机械, 2014, 30(6): 229-232.
- [12] DOYMAZ İ, İSMAIL O. Drying characteristics of sweet cherry[J]. Food and Bioprocess Technology, 2011, 89(1): 31-38.
- [13] 黎彩平, 冯铭琴, 苏国万, 等. 酵母抽提物对广式腊肠质量品质的影响研究[J]. 现代食品科技, 2019, 35(9): 219-226.
- [14] 蔡诗鸿, 曾晓房, 马嘉发, 等. 广东省不同地方广式腊肠品质研究[J]. 食品工业, 2019, 40(5): 209-213.
- [15] 徐亚超. 白酒发酵副产物黄水在广式腊肠中的应用研究[D]. 天津: 天津科技大学, 2017: 68-69.
- [16] 黄金枝, 杨荣玲, 唐道邦, 等. 发酵广式腊肠加工过程中脂质氧化特性及其指标间的相关性分析[J]. 食品科学, 2015, 36(16): 197-202.
- [17] BERDAGUÉ J L, MONTEIL P, MONTEL M C, et al. Effects of starter cultures on the formation of flavour compounds in dry sausage[J]. Meat Science, 1993, 35(3): 275-287.

(下转第 88 页)

出, PbTx-2 的平均回收率为 82.95%~112.95%, 相对标准偏差为 1.27%~2.94%。方法的回收率与精密度可满足 PBTx-2 的实验室检测要求。

表 4 回收率和精密度结果

Table 4 The results of the recovery and precision ($n=6$)

样品	加标量/ ($\mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$)	平均测定值/ ($\mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$)	平均 回收率/%	RSD/ %
扇贝	40	48.05	112.95	1.27
	200	166.50	83.25	2.20
	800	680.16	85.02	2.16
蛤蜊	40	46.04	115.09	1.46
	200	175.06	87.53	2.94
	800	663.60	82.95	2.58

2.2.6 方法的实际应用 应用试验法对各水产品市场采购蛤蜊、扇贝、贻贝、牡蛎 4 个品种 40 份样品进行检测, 所检测样品中贝类毒素的含量均小于方法检出限。有研究^[1]表明, 神经性贝类毒素常见发生区域为美国沿岸、墨西哥湾沿岸和新西兰沿岸。赤潮虽在中国沿海有分布, 但尚未有检测出该毒素样品的报道。

3 结论

试验建立了 NSP 免疫亲和柱的制备和 NSP 毒素的液相色谱串联质谱检测法, 通过研究 NSP 检测方法中免疫亲和柱的制备、样品的提取和净化、色谱质谱条件, 达到了检测方法的检出限低、稳定性好、抗干扰能力强、定性定量结果准确的效果; 弥补了现行国标 (GB 5009.261—2016) 方法的检测周期长、操作过程相对复杂和无法定量等方面的不足。采用试验方法检测了 4 种中国常见水产品, 与相关文献^[1]检测结果基本相同。

参考文献

- [1] 李大志. 以现代分析技术为基础的贝类毒素地理分布、季节变化及致毒机理研究[D]. 大连: 中国科学院大连化学物理研究所, 2005: 2-10.
- [2] 曹际娟, 赵昕, 郭皓, 等. 神经性贝类毒素[J]. 检验检疫科学, 1999, 6(9): 56-58.
- [3] 江涛, 江天久. 贝类体内麻痹性贝类毒素的提取方法研究[J]. 分析化学, 2008, 36(11): 1 460-1 464.
- [4] 李兆新, 张婷婷, 郭萌萌, 等. 贝类毒素固相吸附示踪检测技术研究进展[J]. 渔业科学进展, 2016, 37(10): 162-165.
- [5] 李芳, 李雪梅, 李献刚, 等. 贝类毒素检测方法研究概况[J]. 食品研究与开发, 2015, 36(23): 185-186.
- [6] 黄宗锈, 林健, 陈冠敏, 等. 麻痹性贝类毒素小鼠生物法检测中位数法与均数法差异性比较[J]. 中国卫生检验杂志, 2018, 18(2): 369-370.
- [7] 黎小正, 黄玉柳, 吴详庆, 等. 腹泻性贝类毒素生物法检测

中的误差原因分析[J]. 微生物学杂志, 2009, 29(4): 107-109.

- [8] 刘淑娟, 赵晓祥, 程金平, 等. 快速检测软骨藻酸的间接 ELISA 方法[J]. 环境科学学报, 2014, 34(2): 404-408.
- [9] 陈剑刚, 朱炳辉, 梁素丹, 等. 固相萃取—高效液相色谱—串联质谱法测定贝类产品中麻痹性贝类毒素[J]. 中国卫生检验杂志, 2016, 26(1): 4-8.
- [10] 郭萌萌, 彭吉星, 吴海燕, 等. 麻痹性贝类毒素 GTX1&4 和 GTX2&3 标准样品的制备技术[J]. 中国渔业质量与标准, 2019, 9(2): 62-69.
- [11] 严忠雍, 张小军, 李奇富, 等. 免疫亲和净化—液相色谱—串联质谱法测定贝类中腹泻性贝类毒素[J]. 食品科学, 2017, 38(18): 304-309.
- [12] 岳亚军, 朱波, 伦丽丽, 等. 石房蛤毒素免疫亲和柱制备及柱效测试研究[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(14): 4 566-4 571.
- [13] 母清林, 方杰, 万汉兴, 等. 液相色谱—串联质谱法检测贝类产品中腹泻性贝类毒素[J]. 分析化学研究简报, 2011, 39(1): 111-114.
- [14] 姚佳, 王昕, 张建新, 等. 免疫亲和柱—高效液相色谱法测定牛奶中氯霉素和玉米赤霉醇及其类似物[J]. 食品科学, 2014, 35(18): 124-127.
- [15] 岳亚军, 张律, 游杰, 等. 免疫亲和柱净化—高效液相色谱—串联质谱法测定鱼肉和肝脏中河鲀毒素[J]. 中国食品卫生杂志, 2016, 28(2): 214-218.
- [16] 于广磊, 刘磊, 于姬, 等. 免疫亲和和色谱分离纯化 PSP 贝毒 GTX2, 3 的研究[J]. 中国卫生检验杂志, 2011, 21(10): 2 424-2 426.
- [17] 王里奇, 于师宇, 任洪林, 等. 抗神经性贝毒素 PbTx-2 单克隆抗体的制备及鉴定[J]. 食品科技, 2011, 36(4): 299-303.
- [18] 王莹, 路晨, 柳家鹏, 等. 黄曲霉 M1 免疫亲和柱的制备及使用条件优化[J]. 中国奶牛, 2011(1): 44-46.

(上接第 47 页)

- [18] SEGURA J, ESCUDERO R, ROMERO de Ávila M D, et al. Effect of fatty acid composition and positional distribution within the triglyceride on selected physical properties of dry-cured ham subcutaneous fat[J]. Meat Science, 2015, 103: 90-95.
- [19] 郝红涛, 赵改名, 柳艳霞, 等. 肉类制品的质构特性及其研究进展[J]. 食品与机械, 2009, 25(3): 125-128.
- [20] 刘成国, 龙昊, 娄爱华, 等. 热风干燥条件对中式腊肠微生物及质构特性的影响[J]. 食品与机械, 2012, 28(4): 42-46.
- [21] PAWLAK B, LINDSAY R, VANDERVORST W, et al. Chemical and electrical dopant evolution during solid phase epitaxial regrowth [J]. Meat Science, 2003, 83(1): 148-154.