

传统湘西腊肉中风味物质分离及测定方法

成波, 刘成国

(湖南农业大学食品科技学院, 湖南 长沙 410128)

摘要: 本文介绍了湘西腊肉的特点, 并列举了一些常用的食品风味物质的分离抽提方法和风味物质的测定方法。

关键词: 腊肉, 风味物质, 抽提技术, 测定分析技术

中图分类号: TS205.3; 文献标识码: A; 文章编号: 1673-9078(2007)06-0070-03

Analysis and isolation of Flavors in Traditional Preserved Ham of West Hunan Province

CHEN Bo, LIU Cheng-guo

(Faculty of Food Science and Technology, Hunan Agricultural University, Changsha 410128, China)

Abstract: The characteristics of the traditional preserved ham of west Hunan province as well as the extraction and analysis methods of flavors in the preserved ham were introduced here. Especially, some suitable methods were adopted here to extract the flavors and measured their contents.

Key words: preserved ham; flavor; extraction; measurement and analytical technology

据《易经·噬嗑篇释文》：“于阳而炆于火，曰腊肉。”证明腊肉已经有两千多年的历史。湖南土家、苗家腊肉是土家人民和苗家人民为延长猪肉保质期而独创的一种具有特殊风味的地方名产。湘菜里面就有冬笋炒腊肉、苦瓜炒腊肉、腊味合蒸（腊肉、腊鱼、腊鸡）、白椒炒腊肉等。

湘西腊肉有着与众不同的风味和口感特色，其特点是：脂香浓郁、皮色黝黑、肉色呈红褐色、滋味鲜美、回味无穷。其独特风味的关键，并不在腌制而是在于冷烟文火的熏烤。本文对湘西腊肉中的风味物质的分离及测定方法进行了综述。

1 湘西腊肉中风味物质的分离

目前，食品分析常用的抽提方法主要有水蒸气蒸馏剂抽提法、吹扫捕集法、液态 CO₂ 或超临界流体抽提法。

1.1 水蒸气蒸馏-有机溶剂抽提法（SDE 法）

水蒸气蒸馏-有机溶剂抽提法是传统的方法，操作温度较高，对蒸汽压高的组分抽提一般较完全但对蒸汽压低的组分抽提效率不高。一些易水解的成分在水蒸气中会破坏，有机溶剂也易污染抽提的风味物质。

收稿日期: 2007-03-07

作者简介: 成波, 男, (1981-), 硕士研究生, 研究方向为肉类工艺

通讯作者: 刘成国, 副教授

1.2 液体 CO₂ 和超临界 CO₂ 抽提法

在液体 CO₂ 和超临界 CO₂ 抽提法中，是以液体 CO₂ 和超临界 CO₂ 作为抽提溶剂，对产品的污染小、抽提效率高、抽提过程温度低，是目前最理想的抽提方法之一。但也存在缺点：抽提挥发性风味物质的同时，一些不挥发性的非风味物质也被抽提出来，从而得到一种半固体状的抽提物。但可以通过增加分离步骤和调节 CO₂ 的密度得到改善。

1.3 吹扫捕集法^[1]

吹扫捕集法中采用一种非常纯净（纯度大于 99.998%）的惰性气体（氦或氮）将挥发性的成分从食品原料中吹扫出来，然后用冷阱捕集。该方法抽提条件比传统的水蒸气蒸馏-有机溶剂抽提法更为温和，可以使一些热敏感、易水解的成分分离，而且作为吹扫截止的惰性气体不会污染抽提的风味物质。

根据湘西腊肉的特色及其风味物质的特性，采用氮气流吹扫捕集法抽提腊肉中的挥发性风味物质有着显著的优越性。氮气流吹扫捕集法（NPT）抽提腊肉挥发性风味物质的装置简图见文献^[1]。

2 测定方法

对于分离浓缩得到的风味物质进行定性、定量测定，常用的方法有容量法、分光光度法、气相、液相色谱法，色（气、液）谱-质谱联用测定法。核磁共

振及红外光谱法等。

2.1 气相色谱

气相色谱比较适合于易挥发的有机化合物的测定,是目前香料研究中应用最广的分析方法之一。依据待测样品性质选择适宜的载气、分离柱子、检测器和操作条件对样品进行分析,即可得到满意的结果。在食品风味物质研究的领域中,毛细管气相色谱用得最多。毛细管气相色谱中的分离柱是长可超过 50 m,内径在零点几个毫米的分离柱,其柱效高,分离效果好,可以分数百种组分。现在二维气相色谱分离技术也已在香料研究中使用。该方法是将两个极性不同的柱子串联起来,两个柱子具有不同的操作温度,控制两个柱子的温差,会使待测化合物的出峰时间和顺序发生变化,其目的是使分离不理想的化合物能够满意地分离检出。

2.2 液相色谱法

液相色谱法的原理同气相色谱,只是流动相是液体。他适合于挥发性较低的化合物,如有机酸、羰基化合物、糖类等的分析测定。该方法最大特点是待测物不被破坏,可以收集。利用待测物对光的作用,可用荧光、紫外、示差等检测器检测。

2.3 色谱—质谱联用仪

色谱—质谱联用仪及计算机对分析检测数据信息的处理,大大促进了风味化学研究技术的发展。利用色谱联用仪,不需要标样,由标准谱图资料信息,即可对待测物定性测定,是一种快速准确的分析仪器,也是目前分析鉴定中应用最广泛、权威的分析仪器之一。天然乳香、烟用新型反应香料中香成分就是利用色谱联用仪进行分析鉴定的。

2.4 核磁共振

核磁共振在风味化学中的应用就是鉴定化合物的结构。一般通过化学位移可推测质子的种类核基团,通过各类质子的峰面积比可以知道各类质子的数目比,对推断分子结构式很重要。通过自旋分裂的观察,可了解各种质子相互作用的情况,进而推断各类质子的数目核基团类型,对结构鉴定非常必要。综合分析核磁共振分析结果,结合质谱、红外光谱等化学分析,对鉴定化合物结构比较容易。质谱、光谱、核磁共振谱的综合应用,已成为现代最有威力的有机鉴定方法之一。

2.5 红外光谱法

红外光谱法也是常用于风味化合物结构鉴定的一种光谱法。对于纯净的化合物,测定其红外光谱图与标准谱图进行对比,可判定待测化合物的官能团及分

子结构。在风味化学研究中也是常用的鉴定方法之一。

2.6 气相—嗅觉测量法 (GC-O)

与前几种测定风味化合物的方法相比,GC-O 法有更显著的优点。气相-嗅觉测量法 (GC-O) 鉴定各类食品中的气味活性化合物是近年刚发展起来的有效手段,它广泛应用于火腿 (Ana.carrapiso, 2002)^[2],茶 (Tae Hwan Kim, 2003)^[3]等。目前国际上已有比较著名的 GC-O 的 Sniffing 装置,但因售价普遍较高而暂未能在国内普遍使用。

文中采用了自制的简易 Sniffing 装置,产生加湿空气流,避免和减轻了升温程序后期干燥的高热空气对研究工作者鼻黏膜的刺激和损伤,并且提高感官评价的灵敏度,同时由于空气流的存在减轻了相邻的组分的相互干扰,收到了良好的效果。如图 1 所示。

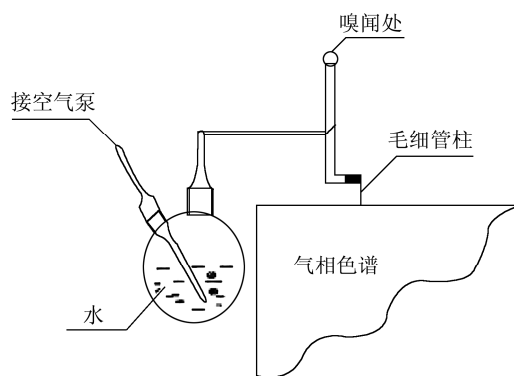


图1 简易 Sniffing 装置图

选择 SPME 手动进样手柄及 75L m CARPDMS 纤维头, CAR2PDMS 纤维头比 100L m PDMS 及其他类似的纤维头的吸附效率都要高,但重现性稍差,且需要较长的平衡时间 (Mani, 1999)。萃取头的老化: 75L m CAR2PDMS 萃取头第 1 次使用时,在气相色谱进样口在 N₂ 保护下于 270 °C 老化 2 h 以上,第 2 次以后使用时,于 270 °C 下老化 30 min,以确保脱去其可能吸附的挥发性成分。顶空固相微萃取法的缺陷之一是图谱中会出现少量的萃取头带来的硅氧烷类的杂质峰,在样品质谱检索时不计入样品分析的结果,在 15 mL 的样品瓶中装入切碎的原料肉 6 g, 60 °C 下顶空吸附 35 min, 250 °C 下解吸 2 min。

2.6.1 单体实验程序

首先请感官评价员熟悉各单体气味,能够准确辨别各单体的气味。先将 6 种单体化合物混合在一起,并且将混合单体进样,用 GC2M 检测,得到机器检测的各化合物的保留时间然后将质谱停用,将毛细管柱出口直接连接简易的 Sniffing 装置,与进样相同的色谱条件,由感官评价员进行嗅觉测量实验,记下开始

闻到相应气味的的时间, 比较各单体的嗅闻时间和保留时间的差异。

2.6.2 样品实验程序

先将样品经 SPME 吸附, 至气相进样口解吸, 用相同的升温程序经 GC2MS 检测, 得到样品中各化合物的保留时间, 然后将质谱停用将毛细管柱出口直接连接简易的 Sniffing 装置, 样品按相同的升温程序经相同的色谱柱分离, 由感官评价员进行嗅觉测量实验, 记下相应的开始闻到各种气味的嗅闻时间, 6 名感官评价员中 3 名以上在同一嗅闻时间处能够得到相同的感官描述, 该结果记入最终结果, 同时记下气味的强度, 以星号个数作记号。

3 讨论

经比较得出, 传统湘西腊肉中的风味物质采用氮气流吹扫捕集法 (NPT 法) 提取, 采用简易的 Sniffing

装置, 通过 GC-O 实验进行测定可以有效的将原本腊肉样品风味轮廓中的几十甚至上百种风味化合物精简到 20 种左右比较重要的化合物, 它们的含量虽然不多, 但却对湘西腊肉整体风味的贡献很大。

参考文献

- [1] 曹劲松, 曾松柏. 氮气流吹扫捕集法抽提肉挥发性风味物质[J]. 中国调味品, 1996(4): 21-22
- [2] Ana I C, Jurado A A, Maria L et al. Odor-activ compounds of Iberian hams with different aroma characteristics[J]. J Agric. Food Chem, 2002, 50: 6450-6458
- [3] Tae Hwan Kim, Ang Mi Lee, Oung-Suk Kim, et al. Aroma dilution method using GC injector split ratio, for volatile compounds extracted by headspace solid phase micro-extraction[J]. Food Chemistry, 2003: 151-158

(上接第 100 页)

加强对学校、社区、建筑工地、农家乐旅游点餐饮和小餐馆的卫生监管, 防控食物中毒事件和食源性疾病发生。

五、突出抓好农村食品安全

(十五) 开展“农村食品市场整顿年”活动。实施农村食品质量准入、交易和退市的全过程监管, 加强对农村小企业、小作坊、小餐馆和各类批发市场、集贸市场的安全卫生监管, 落实开办者的质量安全监管责任, 防止假冒伪劣食品向农村转移。

(十六) 全面推进“万村千乡市场工程”和农村食品“市场流通网”、“监管责任网”、“群众监督网”建设, 开展“农村食品安全示范县”活动, 鼓励大型食品生产流通企业利用现代流通方式改造发展农村食品经营网点, 提高统一配送率。完善农村食品安全监管网络, 建立健全县乡食品安全协调机制。

(十七) 提高农村食品安全意识。开展“公共卫生进农村”、“农村食品安全宣传月”等系列宣传活动, 普及食品卫生知识和科技常识, 提高农村食品从业人员和农村消费者的食品安全素质。发挥农村消费者协会分会、12315 联络站、消费者投诉站的作用。开展食品安全示范店创建活动。

六、建立健全食品安全责任体系

(十八) 地方各级人民政府要对本地食品安全工作负总责, 层层落实责任制和责任追究制。定期评估食品安全状况, 研究制订相应监控措施, 狠抓落实并加强监督检查。加大食品安全监管经费投入, 加强基础设施建设。支持监管部门正确履行职责, 创造良好的执法环境。做好食品安全事故的应急处理和案件查处工作。

(十九) 各监管部门要按照职能分兵把口、密切配合, 全面落实监管责任。要借助计算机网络、现代办公设备和快速检测等技术手段, 提升监管能力。加强食品安全信息管理和综合利用, 实现互联互通和资源共享。定期会商、统一发布食品安全信息, 做到食品安全问题早发现、早预防、早整治、早解决。健全食品安全事故应急体系。开展食品安全综合评价和诚信体系建设。

(二十) 引导企业真正成为食品安全第一责任人。规范企业经营行为, 督促其承担社会责任, 坚决杜绝不合格原料进厂进店、不合格产品出厂出店。建立企业诚信档案, 对生产经营假冒伪劣食品的, 要列入“黑名单”。支持行业协会充分发挥自律作用, 引导和约束企业诚信经营。

(二十一) 建立健全重大食品违法案件逐级报告制度和案件协查协作机制。加强行政执法与刑事司法衔接, 对涉嫌犯罪的案件, 行政执法机关要及时移送司法机关, 严肃查办大案要案。加大对行政执法机关和执法人员的监督、监察力度。

七、加强食品安全宣传教育

(二十二) 继续实施《全国食品安全宣传教育纲要(2006—2010)》。普及食品安全知识, 提高公众食品安全意识。大力宣传优质食品、优良品牌和优秀企业, 正确引导消费。发挥新闻宣传教育和舆论监督作用, 揭露、曝光制售假冒伪劣食品的违法犯罪行为, 震慑违法犯罪分子, 提高企业的遵纪守法意识和诚信意识。