

## 海能仪器:牛奶中的三聚氰胺含量的快速测定(近红外光谱法)

三聚氰胺(melamine)即蜜胺,又称氰尿酸胺,是一种白色晶体,其分子中含氮量高达66.7%。在生鲜乳及乳制品中添加三聚氰胺,可以提高含氮量,冒充成高蛋白食品,从而大幅度降低成本。2008年“奶粉中非法添加三聚氰胺”事件的出现对乳制品中三聚氰胺的检测方法提出了迫切需求。2008年10月7日,国家质检总局、国家标准委员会批准了GB/T22388—2008《原料乳与乳制品中三聚氰胺检测方法》和GB/T22400—2008《原料乳中三聚氰胺快速检测2液相色谱法》。该国标法是目前奶制品生产企业和各个实验室所用的主要方法。上述检测方法,都需要对样品进行前处理,而且还需要多种化学药品和较为昂贵的仪器设备,虽然检测精度较高,但不便于现场的快速检测。

近红外技术(NIR)是20世纪70年代后发展起来的一种新的快速定性定量分析技术,近红外光谱包含丰富的物质信息,其谱图与物质本身的组成密切相关,通过对光谱特征的分析,可以获得有关物质结构与组成的信息。其主要特点是无需复杂的前处理即可通过对光谱信息的分析提取出物质的特征信息,因此特别适合用于快速鉴别物质的品质,已广泛地应用于农业、化工和食品行业中。

本实验用近红外光谱法快速定量检测纯牛奶中三聚氰胺。实验分别配制了两组不同三聚氰胺含量的纯牛奶样品,用于定量分析。结果表明,近红外光谱分析是一种快速、方便和环保有效的测定乳制品中三聚氰胺含量的新方法。

### 样品制备

所需主要材料和仪器:三聚氰胺分析纯500g,同一批次的超市购买某品牌纸袋纯牛奶4L,感量为0.1mg的电子天平,水浴锅,容量瓶,移液管等。样品用于定量分析:共配制三聚氰胺含量范围为0.9754~19.5672mg/kg的牛奶样品共20个(样品标号为01~20),制样时,用电子天平称取一定质量的三聚氰胺加入到牛奶样品中来得到不同含量的样品,摇匀,在40℃水浴锅中加热10min。

### 光谱采集

实验仪器采用近红外光谱仪,进行全谱测定,采集牛奶样品在近红外光谱

680-2500nm整个区域的光谱信息。装样时需将牛奶样品倒入至样品杯约1/5位置,采用旋转顶窗设计,漫反射方式测定样品NIR漫反射光谱。仪器参数设定如下:扫描范围为680-2500nm,扫描间隔1nm,重复扫描24次求平均光谱。牛奶样品的近红外光谱如图1所示。

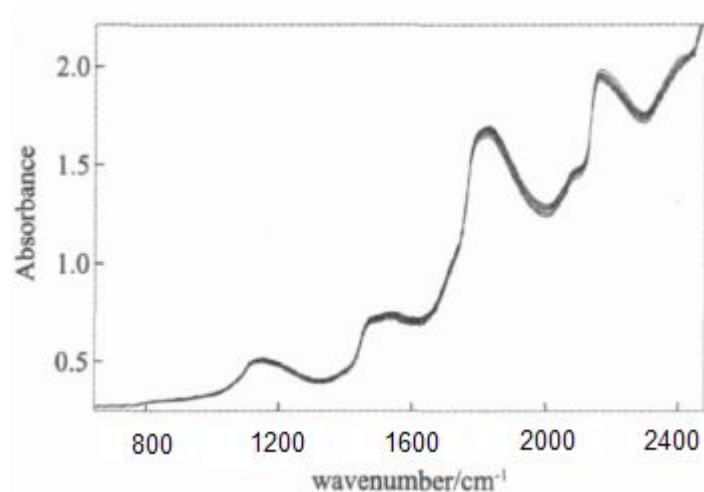


图1. 样品的吸收光谱图

## 定量分析

本实验采用近红外光谱分析法针对配制的样品建立偏最小二乘(PLS)定量分析模型来预测牛奶样品中三聚氰胺的含量。首先采用含量梯度法从配制的样品中挑选建模集样品15个(三聚氰胺含量范围:0.9754~19.5672mg/kg)和测试集样品5个(三聚氰胺含量范围:3.9003~15.6424mg/kg)。实验中为了评价模型的预测能力和实用性,引入了如下几个评价参数:校正集交叉验证决定系数 $R^2$ 和定标标准差RMSECV,用校正模型对测试集样品进行预测的决定系数 $R^2$ 、预测标准差RMSEP、相对标准差RSD和相对分析误差RPD。RSD它反映模型对某一组分总体的预测效果。一般情况下,当 $RSD < 10\%$ ,模型可用于实际的检测。RPD用来验证模型的稳定性和预测能力。当 $RPD > 2.5$ ,则模型具有较高的稳定性和良好的预测能力。当RSD越小,RPD越大,模型性能更优[1]。本实验中的定量分析采用建模软件的定量分析功能,通过自动优化功能建立PLS模型。所建立的定量模型满足 $RSD < 10\%$ , $RPD > 3$ ,模型具有良好的稳定性和实用性。用5个测试样品代入定量分

析模型, SEP为2.60. 预测结果良好.

从实验结果看, 在本文的实验条件下, 用近红外光谱定量检测牛奶中三聚氰胺的方法是可行的.

#### 参考文献

[ 1 ] 吴静珠等. 农产品品质检测中的近红外光谱分析技术研究. 北京: 中国农业大学, 2006。