



Spectra-Quad 实现三聚氰胺含量在线检测

□ 胡阶明 赛默飞世尔科技(上海)有限公司

在麦麸、奶粉或其他富含蛋白质面粉的生产中,进行三聚氰胺含量的测定是一项重要的安全措施。不法企业常利用三聚氰胺少量添加即可大大提高含量的特性,向产品中添加三聚氰胺,造成蛋白质含量的虚假增高,以达到产品蛋白质含量达标的目的。

三聚氰胺是一种重要的氮杂环有机化工原料,白色结晶粉末,无味。这种化学品常被用于生产塑料、胶水和阻燃剂。人类食用三聚氰胺过量会发生肾衰竭甚至死亡。2007年5月起,国家质检总局要求生产企业加强对三聚氰胺的控制,但用于食品蛋白质含量检测的传统方法凯氏定氮法,无法将蛋白质与其他含氮物质区分开,在检样加入三聚氰胺的情况下,无法判断食品蛋白质含量是否达标。

在线成分分析仪优势凸现

三聚氰胺含量的实验室检测方法存在检测结果受蛋白质分子中氮含量影响较大的问题,这种相似性会导致三聚氰胺的检测异常困难。赛默飞世尔科技(上海)有限公司提供的Spectra-Quad在线成分分析仪可以实现三聚氰胺含量的在线实时连续检测(见图1),并能较好的解决检测结果受蛋白质含量影响的问题。

采用近红外线吸收检测技术

Spectra-Quad采用近红外线吸收检测技术,是一种无接触、无损伤和无危害的检测方法。传感器利用特定波长的近红外线照射样品,并对反射光线进行分析,且Spectra-Quad所用光线亮度非常低,不

会加热或损伤样品。对于三聚氰胺来说,其含量越高所反射出的光线就越少。

实际检测中,检测人员可以将Spectra-Quad传感器固定到任何现有的传送装置上,通过使用粉末取样仪,实现对气动传输产品中三聚氰胺含量的连续检测,检测数据可以输出到某个



图1 工作中的Spectra-Quad在线成分分析仪

工艺控制系统或PC机控制器内,从而确保产品免受三聚氰胺的污染。

仪器校准方法和结果

使用仪器前,检测人员可以在预定检测范围内,以6种脱脂奶粉样品对 Spectra-Quad 传感器进行校准。利用实验室天平分别在6种样品中加入75g ($\pm 0.05g$) 待测脱脂奶粉,在每只容器内分别加入以下质量的三聚氰胺: 0g、0.25g、0.75g、1.5g、2.5g、3.5g (均 $\pm 0.05g$), 样品三聚氰胺浓度分别为: 0%、0.33%、1.0%、2.0%、3.33%、4.67%。从 Spectra-Quad 上读取数值后与实验室浓度进行对比,将数据输入校准模式下的 Spectra-Quad 后进行线性衰退,通过调整量程和零点确保 Spectra-Quad 的灵敏度与事先准备样品的浓度变化相匹配(见图2),图2显示了 Spectra-Quad 的灵敏度随三聚氰胺含量的变化过程。

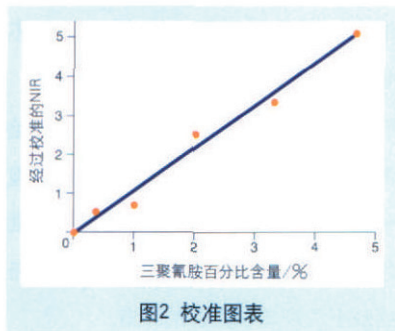


图2 校准图表

表1中的相关系数体现了校准的效果和精确预算成分浓度的能力,此系数中的0与1为十进制数值,相关系数等于1表明校准获得了最佳效果,相关系数越接近1表明校准效果越理想。三聚氰胺的相关系数为0.991,表明校准效果非常不错。

除检测三聚氰胺外,确定检测结果是否随蛋白质的含量发生变化也是校准工作的重要组成部分,即利用相同批量的脱脂奶粉制作与三聚氰胺浓度相同的蛋白质标准样品(100%乳清蛋白质),再重新利用以上数据校准 Spectra-Quad NIR 传感器,通过 Spectra-Quad 对比标准样品来确定蛋白质不会影响三聚氰胺含量的检测(见图3)。数据清晰显示,只有在检测三聚氰胺含量时检测结果才具有一定的灵敏度, Spectra-Quad 对蛋白质的浓度变化不敏感(见表2,图4)。

检测精度不受蛋白质含量影响

表3数据表明,脱脂奶粉中蛋白质的含量变化不会降低三聚氰胺的检测精度,尽管此处蛋白质的含量发生了巨大变化,但仍然获得了精确的三聚氰胺检测结果。由此可以看出,食品加工中可以利用 Spectra-Quad 成分分析仪在线检测三聚氰胺含量,且分析结果不受蛋白质含量变化的影响。

表1 通过校准获得的数据

	Spectra-Quad	实验室
样品1/%	-0.1	0.00
样品2/%	0.48	0.33
样品3/%	0.64	1.00
样品4/%	2.35	2.00
样品5/%	3.15	3.33
样品6/%	4.71	4.67
相关系数	0.991	
标准误差(1次标准偏差)	0.28%	

表2 三聚氰胺、蛋白质、实验室检测值

SO三聚氰胺检测值/%	SO蛋白质检测值/%	实验室检测值/%
-0.10	-0.10	0.00
0.33	-0.07	0.33
1.04	0.03	1.00
2.24	0.15	2.00
3.33	0.02	3.33
4.80	0.09	4.67

表3 脱脂奶粉中的三聚氰胺检测结果

SO三聚氰胺检测浓度/%	蛋白质浓度/%	三聚氰胺浓度/%
0.18	3.5	0.5
1.58	2.5	1.5
2.41	1.5	2.5
3.57	0.5	3.5

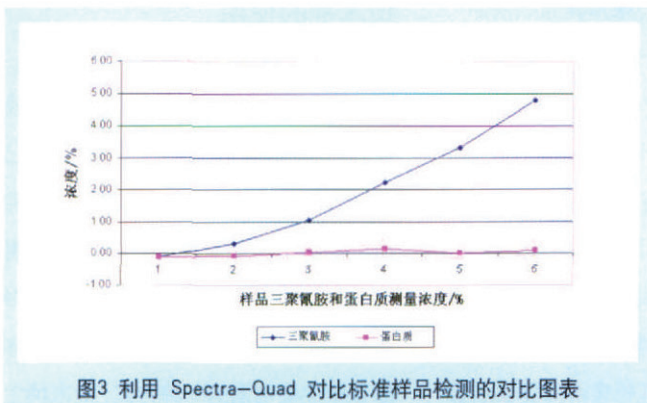


图3 利用 Spectra-Quad 对比标准样品检测的对比图表

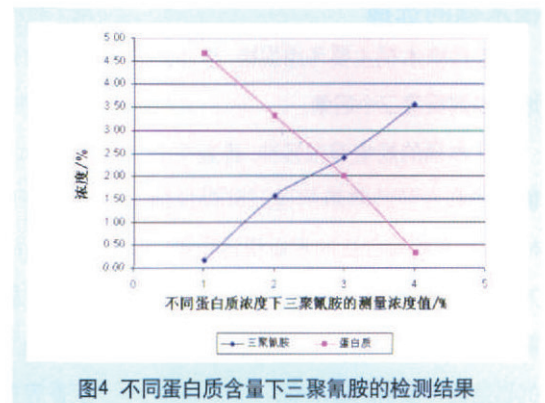


图4 不同蛋白质含量下三聚氰胺的检测结果