

利用近红外（NIR）成像技术，分析奶粉中的三聚氰胺

赤塚阳子、森本光彦

PerkinElmer 日本分析仪器事业部

市场营销与应用调查实验室

在食品卫生安全受到高度重视的今天，食品行业中的质量管理成为一个重要的课题。近红外（NIR）成像技术可以快捷、迅速地测量出食品中的成份分布。由于近红外成像技术是一种显微红外技术，所以可以有效地检测出微量成份。本报告采用反射近红外成像法，考察了奶粉中混入的三聚氰胺情况。结果发现，借助近红外成像技术，可以检出浓度为 1000ppm 的三聚氰胺，并明确其在奶粉中的分布。

1、前言

三聚氰胺（melamin）是一种带有三嗪环的有机氮化物，与甲醛共同构成生产三聚氰胺树脂的主要原料。在食品行业中，由于蛋白质测定普遍使用凯氏定氮法，而三聚氰胺氮含量很高，所以一些不法企业和商贩在产品中掺入三聚氰胺以冒充蛋白质。三聚氰胺对人体有害，比如它会给进食奶粉的婴幼儿带来肾发育不全等健康问题。已发现被三聚氰胺污染的产品包括宠物食品、婴幼儿奶粉、牛奶、普通奶粉，涉及范围很广，有的产品中三聚氰胺浓度高达 6197ppm。

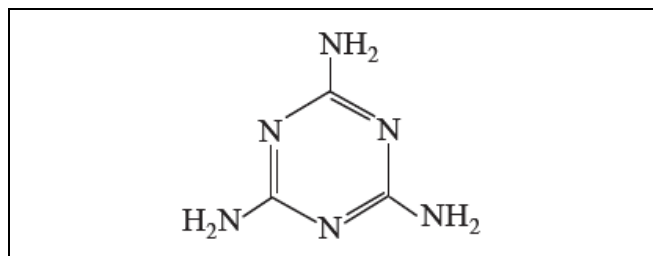


图 1 三聚氰胺结构式

三聚氰胺测定一般采用 HPLC、GCMS、LCMS 等仪器。这些方法灵敏度较高，但为测量出混入食品的成份，必须进行旨在去除夹杂成份的前处理。

本报告中介绍的 Spectrum 400 和 Spotlight 400 近红外成像系统，不需要任何繁琐的样品前处理，只须短短几分钟的时间，即可检测出混入的异物。近红外成像技术除检测异物外，还可以迅速判断产品的凝结和变性部分，实现产品的多元化管理。

2、实验

2-1 样本

试样的准备：在市售的婴幼儿奶粉中局部混入三聚氰胺单体（2,4,6-Triamono-1,3,5-triazine Monomer 东京化成工业）；按照 0, 0.1, 0.2, 0.5, 1.0 w/w% 五个标准，分别均匀混入后得到试样。分别将试样置于直径约 6mm 的铝印版上测量。

2-2 装置及测量条件

将 Spectrum 400 FT-IR/NIR 红外/近红外分光分析装置（PerkinElmer，美国）与 Spotlight 400（PerkinElmer，美国）配合使用，在 NIR 模式下进行测量。测量条件如表 1 所示。

表 1 测量条件

测量方法	反射近红外成像
分辨率	32.0 cm^{-1}
测量波数范围	7800-4000 cm^{-1}
累计次数	1 次
测量面积	6000×6000 μm
像素尺寸	25.0×25.0 μm
取得谱图数	约 76000
测量时间	约 5 分钟
背景	金镜
自动大气校正	有
基于 PCA 的噪声控制	有
平滑校正	无
基线校正	无

3、结果

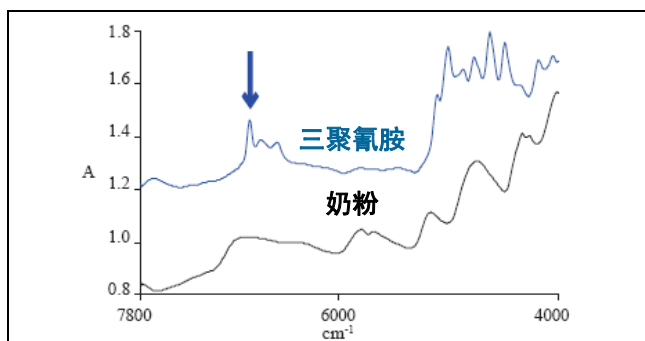


图 2 三聚氰胺与奶粉的近红外光谱图

图 2 中给出了三聚氰胺与奶粉的近红外光谱图。箭头所示的 6810cm^{-1} 附近的吸收峰为三聚氰胺的特征。

3-1 局部混入三聚氰胺的检测

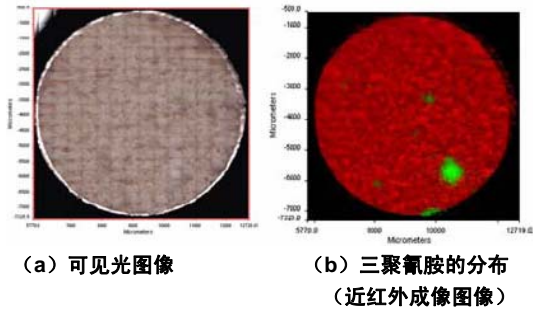


图 3 奶粉中局部混入三聚氰胺的分布

图 3 给出了奶粉中局部混入三聚氰胺的分布状态。红色表示的部分为奶粉的分布，绿色表示的部分为三聚氰胺的分布。由于奶粉和三聚氰胺都是白色粉末，从可见光图像中无法了解到分布情况，但从近红外成像图像中可以清晰地看到各自的分布。为了更清晰地反映三聚氰胺的分布，图 4 给出了 6810cm^{-1} 附近的吸收峰的化学图像（官能团分布）。

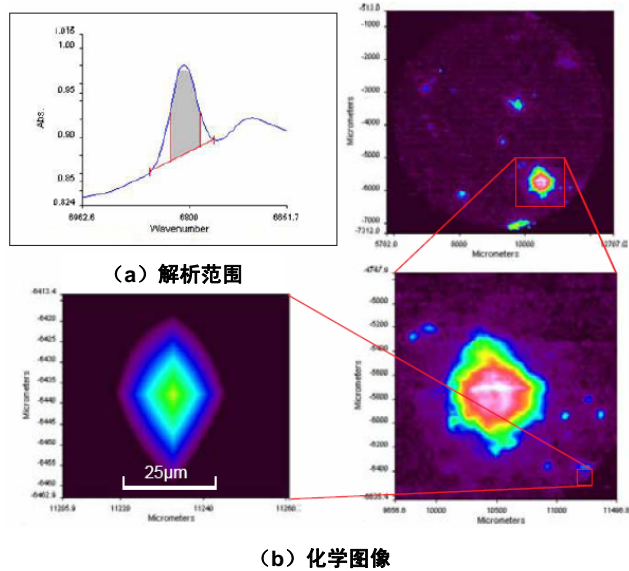


图 4 三聚氰胺的化学图像

从化学图像中可以检测出三聚氰胺的微小粒子。如图所示，本测量中检测出的三聚氰胺微小粒子直径为 $25\mu\text{m}$ 。

3-2 均匀混入三聚氰胺的检测

图 5 给出了 $0\sim 1.0\text{ w/w\%}$ 范围内，改变三聚氰胺浓度测量， 6810 cm^{-1} 附近吸收峰得到的化学图像。将纵轴标尺统一，进行比较，随着浓度的增高，图像中开始出现红色（高浓度侧）。三聚氰胺所占面积的平均值如表 2 所示。

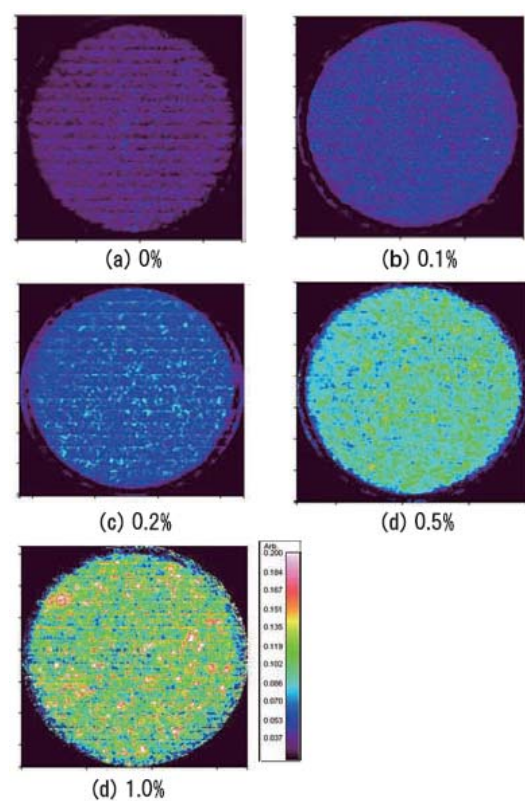
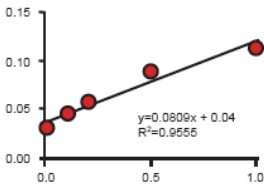


图 5 各浓度的三聚氰胺分布

表 2 面积的平均值与三聚氰胺浓度的相关性

浓度	面积值
0%	0.033
0.1%	0.047
0.2%	0.060
0.5%	0.091
1.0%	0.115



为了考察实际浓度和面积平均值间的关系，将相关系数设为 0.95。检测出奶粉中存在 0.1% 的三聚氰胺。

4、总结

使用 Spotlight 400 对掺有三聚氰胺的奶粉进行近红外成像分析。结果显示，可以检测出 0.1% 的三聚氰胺。

PerkinElmer, Inc.
珀金埃尔默仪器（上海）有限公司
地址：上海张江高科园区李冰路 67 弄 4 号
邮编：201203
电话：800 820 504 或 021-38769510
传真：021-50791316
www.perkinelmer.com.cn

