

分光光度法测定三聚氰胺

韩德红

(山东科技职业学院化工系 山东 潍坊 261053)

【摘要】该项研究的目的是研究一种新型的定量测定三聚氰胺的方法,该方法基于三聚氰胺与甲醛和含有活泼氢的羰基化合物之间进行的络合反应,反应形成的复合物在207nm处有一最大的特殊吸收峰。利用峰的特殊性和吸光度大小来测出三聚氰胺的含量。

【关键词】三聚氰胺; 甲萘酚; 分光光度法

0 引言

三聚氰胺(化学式: $C_3H_6N_6$), 俗称密胺、蛋白精, IUPAC 命名为“1,3,5-三嗪-2,4,6-三氨基”, 是一种三嗪类含氮杂环有机化合物。化学性质呈弱碱性(pH值=8), 与盐酸、硫酸、硝酸、乙酸、草酸等都能形成三聚氰胺盐。在中性或微碱性情况下, 与甲醛缩合而成各种羟甲基三聚氰胺, 但在微酸性中(pH值5.5-6.5)与羟甲基的衍生物进行缩聚反应而生成树脂产物。遇强酸或强碱水溶液水解, 胺基逐步被羟基取代, 先生成三聚氰酸二酰胺, 进一步水解生成三聚氰酸一酰胺, 最后生成三聚氰酸。

在现有奶粉检测的国家标准中, 主要进行蛋白质、脂肪、细菌等检测。三聚氰胺属于化工原料, 是不允许添加到食品中的, 所以现有标准不会包含相应内容。亦即三聚氰胺检测目前并无国家标准。目前国内外检验三聚氰胺的方法主要有紫外检测法^[1], 液相色谱法^[2-5], 气相色谱-质谱联用检测法^[6-7]和超高效液相色谱与质谱联用法^[8-9]。

该项研究的任务是探索发现一种新的定量检测各种物质中的三聚氰胺的含量浓度的方法。在研究中用牛奶作为被三聚氰胺污染的样品, 该方法可用于被三聚氰胺污染的各种物质中。

1 实验部分

1.1 所需化学品和反应试剂

三聚氰胺标准品; 甲醛, 甲萘酚, KOH, HCl, 乙腈, 正己烷; 均为 AR 级; 试验用水为超纯水; 伊利 250mL 盒装纯牛奶

1.2 实验仪器

紫外可见分光光度计(美析中国); TD6 高速离心机; 数显恒温水浴锅; JK-5200 超声波清洗器; S25 涡旋仪(IKA 公司); 分析天平; 容量瓶, 移液管等。

1.3 标准溶液的制备

1.3.1 三聚氰胺溶液: 用分析天平称取 0.3153g 固体三聚氰胺于 50mL 烧杯中, 加水搅拌后移入 500mL 容量瓶中, 水洗烧杯 2-3 次, 将洗涤液也移入容量瓶中。接着加水到刻度线, 摇匀后放入水浴锅中恒温 99.9°C 加热片刻使三聚氰胺溶解, 冷却后即配制成 500mL 5.0×10^{-3} mol/L 三聚氰胺溶液。从中取出 2.5mL 溶液到 250mL 容量瓶中, 配制成 250mL 5.0×10^{-5} mol/L 三聚氰胺溶液, 再从中取出 20mL 溶液到 100mL 容量瓶中, 配制成 250mL 1.0×10^{-4} mol/L 三聚氰胺溶液。

1.3.2 甲萘酚溶液: 用分析天平称取 0.0727g 固体甲萘酚于 50mL 烧杯中, 加入少量乙醇使其溶解, 再加水搅拌后移入 500mL 容量瓶中, 水洗烧杯 2-3 次, 将洗涤液也移入容量瓶中。接着加水到刻度线, 摇匀后得到 500mL 1.0×10^{-4} mol/L 甲萘酚溶液。

1.3.3 KOH 溶液: 用分析天平称取 0.5607g 固体 KOH 于 50mL 烧杯中, 加水搅拌后移入 100mL 容量瓶中, 水洗烧杯 2-3 次, 将洗涤液也移入容量瓶中。接着加水到刻度线, 摇匀后即配制成 0.1mol/L 的 KOH 溶液。

1.3.4 标准反应溶液: 分别用移液管移取 20mL 1×10^{-4} mol/L 甲萘酚溶液, 5mL 0.1mol/L 的 KOH 溶液, 5mL 甲醛溶液到 100mL 容量瓶中, 加水至刻度线, 即配制成 100mL 反应溶液。再放入水浴锅中加热半小时后取出, 即为实验所需的标准反应溶液。

1.3.5 样品制备: 按国标法^[10]处理样品。在离心管中分别准确移取 1mL 牛奶样品, 加入 5mL 盐酸酸化乙腈(pH=2.0), 超声 10min, 使蛋白质沉淀, 以 8000r/min 离心 10min, 转移合并上清液, 向上清液中多次加入 20mL 正己烷, 震荡, 静置, 弃去上层正己烷相, 以充分除去脂溶性物质, 将下层清液减压蒸干, 水溶, 用微孔滤膜过滤得清液备用。

1.4 实验过程

将上述配好的各溶液标号后放入水浴锅恒温 80°C 加热, 半小时后

利用紫外分光光度计测定其吸光度, 记录结果和图像。根据上表数据和实验图像绘制定量校正曲线。

2 结果与讨论

2.1 实验方法的确定

通过上述实验和仪器分析, 得到各溶液的光谱图, 如图 1 所示。

三聚氰胺溶液的紫外光谱显示在 201nm 处有一最大的吸收峰, 甲醛没有紫外吸收光谱, 标准反应溶液没有明显的紫外光谱峰, 三聚氰胺与标准反应溶液加热反应后的混合溶液在 206nm 附近有唯一的波峰, 利用该峰可判断三聚氰胺的存在和含量。

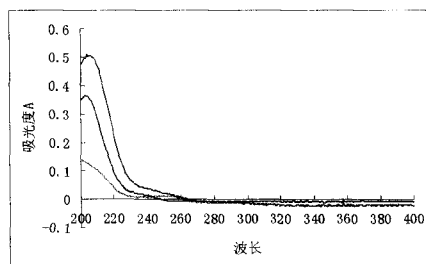


图 1 各溶液的光谱图

从上到下依次为反应混合液, 三聚氰胺溶液, 标准反应溶液

2.2 甲萘酚的浓度对该实验的影响

按下表方法配制一系列标准反应溶液, 再分别取出 5mL 溶液到标号为 1 到 5 的 25mL 容量瓶中, 再各加入 2mL 1.0×10^{-3} mol/L 三聚氰胺溶液, 加水到 25mL, 加热半小时后测其吸光度。具体吸光度如图 2。

表 1 不同甲萘酚含量的标准反应溶液的配制

甲萘酚溶液的量 1.0×10^{-4} mol/L (mL)	KOH 溶液的量 (mL)	甲醛的量 (mL)	总量
2	1	1	25
4	1	1	25
6	1	1	25
8	1	1	25
10	1	1	25

从图中可以看出, 随着甲萘酚含量的增加, 溶液吸光度会稍微的增大, 实际检测时, 考虑吸光度和溶液的量, 以 5mL 甲萘酚为宜。

2.3 混合溶液浓度与吸光度的关系

从图 3 可以看出, 随着三聚氰胺量的增大, 吸光度也明显的增大, 即浓度和吸光度成正比, 从而可以根据吸光度的大小来确定三聚氰胺的浓度, 进而得到具体含量。

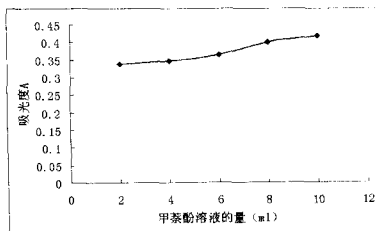


图 2 不同甲萘酚含量溶液的紫外吸光度

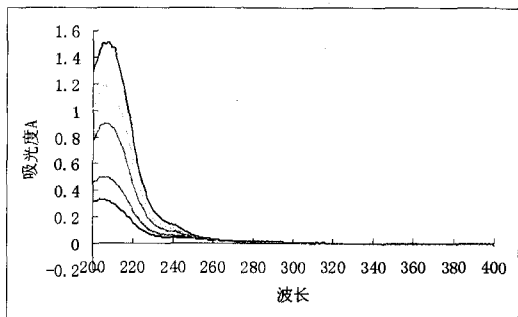


图3 不同三聚氰胺浓度混合反应溶液的紫外光谱图

从下到上三聚氰胺浓度为 4×10^{-7} mol/L— 3.4×10^{-6} mol/L

2.4 校正曲线和检出限

利用图3中各溶液的吸光度数值绘制定量校正曲线,并求其回归方程和方差,具体图像如图4。

校正曲线方程为 $y=0.1689x+0.1765$, y 为吸光度 A , x 为加入的三聚氰胺溶液的体积量(ml),线性范围为 $1 \sim 100$ mg/L。对空白溶液进行测量,以其标准偏差3倍除以斜率并通过换算得出该方法的检出限为 0.89 mg/L,对 2 mg/L 三聚氰胺标准溶液5次平行测量值的相对标准偏差为 1.6% 。

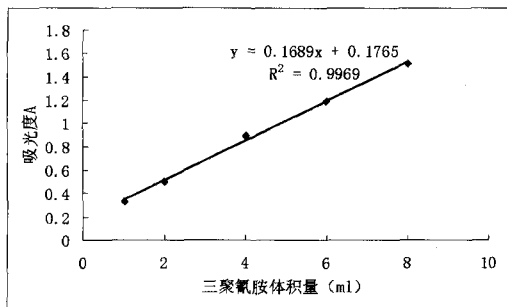


图4 校正曲线

3 结论

综上所述,三聚氰胺分光光度检测法是一种的新型,特殊,简单的检测方法,可定量检测蛋白质中的三聚氰胺的含量。因此可用于各种各样的食物中三聚氰胺含量的检测,例如,牛奶、糖果、宠物食品、或麦麸等。通过实验可知,该方法具有很高的准确性,但是受分光光度仪器的影响较大,因此目前只能检测到的最低含量为 0.89 mg/L,相信随着科学的不断进步,分光光度仪器的不断发展,该方法具有非常大的潜力,能被广泛的应用到各种物质的蛋白质检测中。

【参考文献】

[1]何强,孔祥虹,李建华,等.离子交换色谱紫外检测法测定乳制品中三聚氰胺[J].中国乳品工业,2008,36(6):55-56.
 [2]吴明礼,陈彩红.高效液相色谱法 HPLC 测定单氰胺中三聚氰胺的含量[J].宁夏石油化工,2005,2:24-25.
 [3]辜雪英,吴小花,仇满珍.饲料中三聚氰胺残留量高效液相色谱测定的研究[J].江西化工,2007,2:70-72.
 [4]陈婷.高效液相色谱法测定饲料中三聚氰胺含量[J].福建畜牧兽医,2007,29(6):10-11.
 [5]李德良.食品及饲料中三聚氰胺残留量液相色谱检测方法的研究[J].南昌高专学报,2007,6:131-132.
 [6]占春瑞,郭平,温志海,等.液相色谱检测饲料中三聚氰胺残留量的方法研究[J].饲料研究,2007,11:18-19.
 [7]宫小明,董静,孙军,等.HPLC 法测定植物性原料中三聚氰胺[J].食品科学,2008,29(4):321-322.
 [8]张静,张朋杰,张宪臣,等.超高效液相色谱电喷雾串联三重四级杆质谱法测定宠物食品中的三聚氰胺[J].中国卫生检验杂志,2008,18(10):1950-1951.
 [9]钱振杰,蔡勤仁,欧阳颖瑜,等.超高效液相色谱电喷雾串联质谱法测定饲料中残留的三聚氰胺[J].色谱,2008,26(3):339-342.
 [10]中华人民共和国国家标准:GB/T 22388-2008 原料乳与乳制品中三聚氰胺检测方法。

【责任编辑:王爽】

(上接第 227 页)主控单片机即可通过控制插座中各继电器来控制电器电源的通断。该方式简单且易于实现。

3 软件设计

控制系统完成摘机动作后,系统提示输入密码,如输入密码不正确,系统提示重新输入,最多输入三次,超过三次时系统自动挂机;如密码正确,系统将根据设定菜单给出操作提示。为方便操作,系统设置一个返回键,当按下此键时,返回上一级菜单。当所有设置完成后,按“#”结束设置,系统自动挂机。系统流程如图3所示。

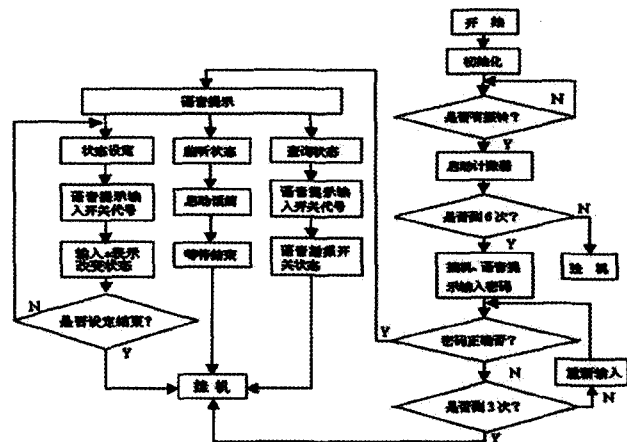


图3 程序流程图

4 结论

本系统采用单片机作为主控单元,结合软件编程,实现了语音界面下的远程控制。系统增加密码认证功能,增强了个人财产的安全性,符合智能化住宅要求。另外,用户外出时,可随时通过本系统开关室内电灯、音响、电视等电器,产生有人在家假象,能提高家居安全性。

【参考文献】

[1]刘增基.光纤通信[M].西安:西安电子科技大学出版社,2001.
 [2]康鸿雁,程英.基于 ARM7 的自动跟踪型前照灯检测仪设计.微计算机信息,2009,25(7):105-106.
 [3]张立祥.一种基于单片机的数控开关电源设计.电源世界,2009,21(4):66-69.

作者简介:秦丽敏(1969—),女,吉林石化公司工程预算部,学士,主要从事工程预算结算方面的研究。
通讯作者:陈铃铃。

【责任编辑:江广霞】