

# 原料乳中药物残留和掺假物质检测方法的研究进展

魏燕超, 库婷, 刘旻昊, 黄燕, 刘永峰\*

(陕西师范大学食品工程与营养科学学院, 西安 710062)

**摘要:** 原料乳中药物残留或掺假物质的存在造成的安全事件屡屡发生, 这使我国乳品行业面临着巨大的挑战。本文主要综述了常规检测法、免疫分析法、仪器检测分析法、生物传感器和蛋白质芯片技术等对原料乳中常见聚醚类抗生素、类固醇激素、苯二氮卓类药物、苯基脲类除草剂、四环素类抗生素和青霉素类抗生素等药物残留、物理性质与原料乳相近的物质、常见电解质、非电解质、防腐剂等掺假物质的检测方法, 以及对单一成分掺假物和多种成分掺假物的检测方法, 并比较了不同检测方法的准确度、灵敏度、成本等优缺点, 以期对相关检测部门进行质量监测或生产厂家牛乳收购提供技术参考。

**关键词:** 原料乳; 药物残留; 掺假物质; 检测方法

## Research progress on detection methods of drug residues and adulterant in raw milk

WEI Yan-Chao, KU Ting, LIU Min-Hao, HUANG Yan, LIU Yong-Feng\*

(College of Food Engineering and Nutritional Science, Shaanxi Normal University, Xi'an 710062, China)

**ABSTRACT:** Contaminated and adulterated milk events are frequently occurred, which lead to an enormous challenge for China's dairy industry. This paper mainly summarized the detection method including routine test, immune analysis, instrument detection analysis method, biological sensors and protein chip technology for detection of drug residues and the adulteration of raw milk, such as polyether type of antibiotic, steroid hormone, benzodiazepines drugs, phenyl urea herbicide, tetracycline antibiotics and penicillin antibiotics, materials with its physical properties similar to raw milk, common electrolyte, non-electrolyte and preservatives and so on. Meanwhile, the detection method of adulteration of single component and various component were reviewed, and the accuracy, sensitivity, cost and other advantages and disadvantages of each method were compared, so as to provide technical references for relevant quality inspection departments to carry out quality control and manufacturers to check the quality of raw material when purchasing.

**KEY WORDS:** raw milk; drug residues; adulterant; detection method

## 1 引言

原料乳中药物残留和掺假物质的存在会导致一定的

安全隐患, 威胁着我国乳品行业的发展<sup>[1]</sup>。因此, 对原料乳中残留药物和掺假物质的检测显得尤为重要<sup>[2-5]</sup>。原料乳中比较常见的残留药物包括抗生素、农药、兽药、放射性物

基金项目: 中国博士后科学基金项目(2015M570811)、中央高校基本科研业务费专项(GK201502008)

**Fund:** Supported by the China Postdoctoral Science Foundation Project (2015M570811) and the Fundamental Research Funds for the Central Universities (GK201502008)

\*通讯作者: 刘永峰, 博士, 副教授, 硕士生导师, 主要研究方向为畜产品科学与营养研究。E-mail: yongfeng200@126.com

\*Corresponding author: LIU Yong-Feng, Ph.D, Associate Professor, Postgraduate Tutor, College of Food Engineering and Nutritional Science, Shaanxi Normal University, Xi'an 710062, China. E-mail: yongfeng200@126.com

质和激素等; 掺假物质主要有水、电解质、物理性质与牛乳相近的物质、防腐剂以及其他类调节性物质等。本文主要对国内外原料乳中各种残留药物和掺假物质的检测方法作简要综述, 以期对相关质检部门提供参考, 为牛乳质量检测方法的研发提供可以借鉴思路。

## 2 药物残留检测方法的研究进展

目前国内外原料乳中药物残留检测的主要方法包括常规检测法、免疫法、仪器分析法、蛋白质芯片技术和生物传感器。

### 2.1 常规检测方法

原料乳中药物残留的常规检测方法有快速试纸条法、 $\beta$ -内酰胺类抗生素检测试剂盒法、氯化三苯基四氮唑法(threshold for toxicological concern, TTC)等<sup>[6-9]</sup>。目前, 我国食品卫生标准关于牛乳中抗生素残留检测的方法为 TTC<sup>[10]</sup>。TTC 的检测原理是 TTC 指示剂的还原反应, 抗生素的存在会使牛乳产生无色反应, 而无抗生素存在时呈红色。但是 TTC 检测耗时长、操作繁琐, 在实际中的应用比较少。 $\beta$ -内酰胺类抗生素检测试剂盒法因快速准确的优点而在原料乳检测中得到了广泛的应用<sup>[11]</sup>。Watanabe 等<sup>[12,13]</sup>采用快速试纸条法检测原料乳的药物残留, 得出恩诺沙星、双氢链霉素的检测限分别是 10、100 ng/mL, 该结果与微生物法测定结果和高效液相色谱法一致, 主要用于原料乳的现场快速检测。

### 2.2 免疫分析法

免疫分析法是利用抗原或半抗原和抗体特异性结合成抗原-抗体复合物的免疫反应来检测的技术。主要分为间接竞争免疫法、免疫受体法和常规理化技术结合免疫分析技术方法 3 大类。

#### 2.2.1 间接竞争免疫法

Strasser 等<sup>[14]</sup>采用间接竞争免疫法测定原料乳中的药物残留, 得出链霉素、磺胺二甲氧嘧啶、磺胺嘧啶和邻氯青霉素的检测限分别为 3.2、9.0、7.0、0.8 ng/mL。李周敏等<sup>[15]</sup>利用该方法确定出原料乳中庆大霉素的检测限为 0.1 ng/mL, 样品的加标回收率可以达到 95%~112%。该法的优点是检测前期样品前处理过程简单, 用样量少, 灵敏度高(可检测 ng~pg 级), 分析效率比高效液相色谱或气相色谱高几十倍以上<sup>[16]</sup>。

#### 2.2.2 免疫受体法

免疫受体法是目前国际上认可的一种专利检测方法。免疫受体法是酶联免疫分析的一个转变形式, 将特定抗生素类群作为靶子, 让固定在某些部位的特定抗体或广谱受体进行捕捉, 进而达到检测乳中抗生素的目的。Lamar 等<sup>[17]</sup>利用受体竞争结合原理检测牛乳中的无开环的  $\beta$ -内酰胺类抗生素, 结果可检测到 1/2 欧盟最大残留限量。Adrian 等<sup>[18]</sup>

利用酶联免疫法分析了牛乳中喹诺酮类和磺胺类抗生素残留, 该法还可用于检测牛乳中特定抗生素类物质。免疫受体法具有分析速度快、特异性强等特点, 但检测费用高, 一般只能作为定性试验。

#### 2.2.3 常规理化技术结合免疫分析技术

常规理化技术结合免疫分析技术是将理化测定技术中的净化方法或分离方法与免疫分析的高选择性相结合对抗生素进行检测的一种方法<sup>[19]</sup>, 具有成本低和分析效率高的优点, 可以用于在线检测。

## 2.3 仪器检测分析法

### 2.3.1 高效液相色谱法

Lamar<sup>[17]</sup>研究利用高效液相色谱法对原料乳中残留的强力霉素、四环素、金霉素和土霉素的检测限进行确定, 分别为 0.05、0.025、0.025、0.05 mg/L, 牛乳样品回收率为 84%~110%, 检测的相对标准偏差小于 10%, 满足实际检测的需求。利用柱后衍生-高效液相色谱法检测原料乳中链霉素含量的线性范围是 0.01~0.10 mg/kg, 确定检出限为 0.005 mg/kg<sup>[20]</sup>。此外, 利用该方法可以对原料乳中的头孢噻肟、头孢哌酮、头孢噻吩和头孢曲松药物同时进行检测, 在浓度范围为 1.0~50.0  $\mu$ g/L 时具有良好的线性关系( $r^2=0.999$ ), 其检测限均为 1.0  $\mu$ g/kg<sup>[21]</sup>。利用高效液相色谱法检测牛乳中残留物质具有快速、精密度高、检测限低和多联检测的优点。

### 2.3.2 色谱、质谱等联用技术

采用超高效液相色谱-质谱联用技术检测原料乳中马杜霉素铵、拉沙洛菌素、盐霉素、甲基盐霉素、尼日利亚菌素和莫能菌素等聚醚类抗生素残留, 检出限为 1.6 g/kg, 可完全满足牛乳卫生质量监控要求<sup>[22]</sup>。同样利用该方法可以对牛乳中类固醇激素残留进行分析, 定量限是 2~20  $\mu$ g/kg, 检出限是 0.5~10  $\mu$ g/kg, RSD 小于 10%, 适合日常大批量样品的检测<sup>[23]</sup>。牛乳中苯二氮卓类药物可以利用液相色谱-质谱串联检测, 得到定量限是 0.04~0.37  $\mu$ g/kg, 检出限为 0.01~0.11  $\mu$ g/kg<sup>[24]</sup>。戚琦等<sup>[25]</sup>结合离子液体分散液-液微萃取技术与高效液相色谱-紫外检测器法检测牛乳中己烯雌酚的含量, 检出限为 0.5  $\mu$ g/L, 可以应用于实际生产中。黄智鸿<sup>[26]</sup>基于离子液体涡旋辅助/表面活性剂乳化-液相微萃取高效液相色谱技术建立了牛乳中苯基脲类除草剂和三嗪类残留的分析方法。

## 2.4 生物传感器

免疫传感器主要是利用抗原与特异性抗体结合反应特性而研制出的一种生物传感器, 其检测灵敏, 携带方便, 可用于牛乳中特定残留药物的快速检测<sup>[27]</sup>。刘瑾等<sup>[28]</sup>采用表面等离子共振生物传感器可检测出牛乳中的氨基青霉素的残留。化学发光免疫传感器可检测牛乳中氯霉素残留, 检测限可达到  $1.0 \times 10^{-8}$  mol/L<sup>[29]</sup>。目前生物传感器技术正是大规模研究开发与应用时期, 虽然面临的问题不少, 但其

在食品安全检测领域有广阔的应用前景。

## 2.5 蛋白质芯片技术

蛋白质芯片技术是以固相的支撑物质表面的蛋白质探针对待检样品中的某些分子进行特异性捕获为基础,通过激光扫描系统或电荷耦合相机来获得信息,进而实现物质分子的定性定量分析<sup>[30]</sup>。间接竞争荧光免疫蛋白芯片法可以实现泰乐菌素、磺胺二甲嘧啶和链霉素的同时检测,确定的检测限分别是 6.37、3.26 和 2.01 ng/mL,可以应用于实际检测<sup>[31]</sup>。然而,蛋白质芯片技术在抗生素残留的检测还在初步探索阶段,未来前景广阔。

## 3 掺假物检测方法的研究进展

牛乳的掺假主要是为了对牛乳的真实品质进行遮掩<sup>[4]</sup>。通常掺假的形式主要包括以下 6 种<sup>[32]</sup>。(1)掺水:掺水为最常见的掺假方式,具有廉价,方法简单易行且利润大的特点;(2)掺电解质:掺入芒硝、食盐、亚硝酸钠、硝酸钠等增加乳的密度,或掺入碳酸氢钠、碳酸钠、石灰水、明矾、氨水等遮掩牛乳的酸败现象;(3)掺非电解质:掺尿素、三聚氰胺、蔗糖等非电解质物质可提高牛乳的密度,增加蛋白质的检测含量;(4)掺物理性质与牛乳相近的物质:通过掺入米汤、豆浆、明胶等增加牛乳的体积而获利;(5)掺防腐剂:加入如甲醛、苯甲酸、过氧化氢等有杀菌和抑制效果的防腐剂预防牛乳酸败;(6)掺其他类调节性物质:加入一些如牛尿、白陶土等增加牛乳密度或调控感官指标。

针对以上掺假方式以及测定掺假物质的性质,掺假检测方法主要分为 2 大类,一类是针对单一成分掺假物质的检测,另一类是针对多成分掺假物质的检测。

### 3.1 针对单一成分掺假物检测方法

#### 3.1.1 掺水

主要包括感官法、密度法、二苯胺法、冰点测定法、干物质测定法和浓度测定法<sup>[33]</sup>。感官法利用掺水牛乳的乳香味及甜味会明显变淡及颜色变浅进行判定。密度法原理如下:正常情况下,如果牛乳的相对密度小于 1.028 或乳清密度小于 1.027,则证明该牛乳可能掺有水。二苯胺法主要是利用二苯胺的显色反应进行判断。冰点测定法利用原料乳冰点维持恒定、而牛乳中掺入水后冰点会显著升高进行判定。干物质测定法原理如下:若牛乳中干物质含量明显低于 14%,则表示掺入了水。浓度测定法则通过超声谱差法检测牛乳浓度的变化来判别该乳中是否掺水。

#### 3.1.2 掺电解质

针对不同电解质主要检测方法如下<sup>[34-36]</sup>。对于掺食盐可用铬酸钾法或莫尔法检验,掺加食盐后牛乳中的氯离子含量(正常含量 0.09%~0.12%)增多,因此可以通过其与硝酸银(白色沉淀)或铬酸钾(呈黄色)的显色反应来判断。对于掺铵盐主要是通过纳氏试剂与样品的显色反应来判断,若

反应生成红棕色沉淀,则表明牛乳中掺入了化肥、碳酸铵等铵盐。新鲜的牛乳中的钙以胶体的形式存在,在硫酸盐存在的情况下也不会产生沉淀,若掺入石灰水就会有硫酸钙沉淀产生,进而判断是否掺假。向待检牛乳样品的试管中加入盐酸,试管口用 10%乙酸铅溶液浸过的药棉堵住,若原料乳中掺入了广告白和硫化物,乳就会呈现褐色。对于掺碱(主要是碳酸钠、碳酸氢钠)可用溴麝香草酚兰显色法和冰醋酸法检测,溴麝香草酚兰溶液在 pH 6.0~7.6 时的颜色是由黄色到蓝色的一个递变过程,而冰醋酸主要是和碱类发生反应产生二氧化碳,通过观察现象可以判断是否掺假。对于掺硝土可用马钱子碱法,被检乳清中加入含浓硫酸的马钱子碱晶体,混匀后若立即显现出血红色,又逐渐变成橙色,则表明掺入硝土;也可用铜屑法,即向被检乳清中加入铜屑或铜丝,再加入浓硫酸加热,若出现红棕色的二氧化氮气体则证明掺有硝土。对于掺硝酸盐可利用甲醛法检测,主要是将 5 mL 被检乳与 2 滴 10%甲醛溶液混合,再加入 3 mL 硫酸,若 1000 mL 的原料乳中存在 0.5 mg 硝酸盐时,5~7 min 后会有环带出现。对于掺亚硝酸盐是利用磺胺与亚硝酸盐重氮化后(弱酸性条件)和盐酸萘乙二胺偶合产生紫红色物质的原理,进而检验牛乳中掺入的亚硝酸盐。

#### 3.1.3 掺非电解质

对于掺入非电解质类物质的检测方法如下<sup>[37,39,40]</sup>。对于掺尿素:利用尿素和显色剂络合原理来检测尿素含量(正常牛乳中尿素含量约为 200~300 mg/L),常用方法有格里斯试剂法、紫外分光光度计、荧光法、钠氏试剂法、二乙酰-胍检测法等。对于掺蔗糖:可用酸性条件下蔗糖水解得到的果糖可与间苯二酚加热后出现红色沉淀,来判断牛乳中是否掺入蔗糖,掺入蔗糖的牛乳从颜色上看呈微黄且发亮,清晰度较好,较正常乳有较大的甜味。对于掺三聚氰胺:可用酪蛋白沉淀法<sup>[39]</sup>,根据调节牛乳的 pH 值可使牛乳中的重要蛋白质-酪蛋白沉淀出来的原理,可通过相同体积的掺假牛乳与正常牛乳得到的沉淀量的不同来判别牛乳的掺假情况;也可用便携式拉曼检测仪通过结合表面增强试剂技术来检测,该法样品前处理简单、低成本、检测快、设备操作较简单,检测限可达 1.0 mg/L,可以用于现场快速检验和现场监测<sup>[40]</sup>;还可用金纳米粒子比色探针法,孙春燕等<sup>[41]</sup>利用该法检测牛乳中三聚氰胺,检出限是 0.1 mg/L,此外肖锡林等<sup>[42]</sup>采用分光光度法对牛乳中微量三聚氰胺进行测定,李芳等<sup>[43]</sup>基于三聚氰胺对谷胱甘肽(还原型)包覆的硫化锌掺锰量子点磷光的猝灭原理建立了快速检测牛乳中三聚氰胺的磷光探针法,检出限为 4.0 nmol/L。

#### 3.1.4 掺胶体物质

针对胶体物质的检测方法如下<sup>[35,44]</sup>。对于掺米汤、糊精、面汤等淀粉类物质:利用碘遇淀粉呈蓝色或紫色可判断牛乳中是否掺入淀粉类物质,而且掺米汤的牛乳会含有细小的淀粉颗粒。对于掺豆浆:因豆浆中含的皂角素可与

氢氧化钾发生显色反应呈黄色, 豆浆中含的水苏糖与碘试剂反应呈绿色判断是否掺入豆浆, 十二烷基硫酸钠聚丙烯酰胺凝胶电泳也可检测牛乳中是否掺入豆奶(豆浆), 因为掺入豆浆的牛乳搅拌时会发出一种特有的豆浆味, 并有未加调料的豆腐脑的口感, 用醇醚试验呈阳性反应。对于掺初乳: 掺入初乳后, 用酸度滴定法检测酸会偏高或煮沸过程中有小絮状物或凝块, 对于掺陈乳或变质牛乳, 乳样经煮沸产生凝块或絮片, 或与等量的重型酒精混合, 摇晃后若出现絮片, 均可判定牛乳已不新鲜。

### 3.1.5 掺防腐剂

对防腐剂的检测方法如下<sup>[35]</sup>。对于掺甲醛: 乳样中加入浓  $H_2SO_4$  与浓  $HNO_3$  ( $H_2SO_4$  中加 1 滴  $HNO_3$ ) 混合液, 掺入甲醛的乳样会显现出紫色环; 将  $KOH$  和  $AgNO_3$  试液加入乳样中, 加热煮沸显现出淡黄色—深咖啡色反应, 若呈咖啡色则表明可能掺入甲醛, 且甲醛的最低检出限可达到  $6.5 \mu g/mL$ 。对于掺涂料: 可利用涂料中的聚乙烯醇与碘-硼砂试剂反应经盐酸酸化显紫色或蓝色的原理, 判断是否掺涂料。对于掺双氧水: 将硫酸和碘化钾淀粉加入乳样中, 若显蓝色则表明牛乳中掺入了双氧水。对于掺白矾: 利用金黄色素三羧酸铵盐配制 1% 铝试剂, 将其加入牛乳中, 若牛乳呈红色反应, 则证明乳中掺有白矾。

### 3.1.6 掺其他调节物质

对掺其他调节物质(洗衣粉、植物油和牛尿等)检测方法如下<sup>[34]</sup>。掺洗衣粉: 可用氯化钡法、荧光法、亚甲兰法等检验, 其中亚甲兰法操作简单、灵敏度较高, 适合现场操作, 检出限是  $10 \text{ mg}/100 \text{ mL}$ 。掺入牛尿的牛乳呈浅黄色, 乳稠度较稀, 密度正常。掺入不同种类的植物油, 可用折射计上呈现的牛乳脂肪读数不同来判断。

以上方法大都采用颜色反应或沉淀法来判断掺假情况, 虽具有操作简单、成本较低等优点, 但大多只能进行定性检测。

## 3.2 针对多种成分的掺假检测方法

### 3.2.1 高效液相色谱法

高效液相色谱法不仅可检测出是否牛乳中掺杂或掺假, 而且可与质谱等方法联用对特定物质进行定量分析。林玲等<sup>[45]</sup>采用高效液相色谱法建立了可同时检测牛乳中糖精钠、苯甲酸和山梨酸的方法, 检出限分别为 0.06、0.07 和  $0.08 \text{ mg}/\text{kg}$ , 样品加标平均回收率为 90%~105%。Grant 等<sup>[46]</sup>用高效液相色谱-质谱联用法通过检测缩二脲、缩三脲的含量间接测定了牛乳中掺入尿素的情况。高效液相色谱法操作简单, 灵敏度高, 结果稳定可靠, 但该方法成本高、速度慢, 不能实现快速检测。

### 3.2.2 近红外光谱分析法

近红外光谱分析法(near-infrared, NIR)是根据物质含量与不同波长点吸收峰呈现的线性关系, 有效地对乳及乳制品的各种掺假物质进行准确快速无损测定(波长在

$780\sim 2526 \text{ nm}$ )<sup>[47,48]</sup>。采用近红外光谱-簇类独立软模式识别法(near-infrared and soft in dependent modeling of class analogy, NIR-SIMCA)可以建立新鲜乳掺入还原乳的定性判别模式, 测定结果与真实值无显著性差异<sup>[49]</sup>。Kasemsumran 等<sup>[50]</sup>采用近红外光谱技术检测了牛乳中乳清和水等掺假物质的含量; 分别利用近红外光谱技术-偏最小二乘法-马氏距离法和基于偏最小二乘法-自组织竞争神经网络的 NIR 可以成功建立牛乳中掺假植物奶油的识别模型, 且鉴别准确率可以达到 100%<sup>[51,52]</sup>。Zhang 等<sup>[53]</sup>利用近红外光谱法快速识别牛乳中伪蛋白和增稠剂类掺假物质, 并表现出很好的检测性能, 可以满足实际应用。

### 3.2.3 非线性指纹图谱法

非平衡状态下的化学反应因其体系内的非线性相互作用, 产生了化学湍流、化学振荡、化学波等非线性动力学行为, 通常称这种时空有序的结构为非线性化学现象<sup>[54]</sup>。在掺假牛乳体系中, 不同物质对复杂的 B-Z 的振荡反应的干扰、抑制或反应机理会产生不同的影响, 直观地表现为电位-时间函数图形的不同, 可由直观图直接作出定性判断, 再结合相似度理论、建立数学模型等进行定量分析<sup>[36]</sup>。鲁利利等<sup>[55]</sup>测定牛乳和羊乳的非线性指纹图谱, 通过直观图特征可以对牛乳中羊乳进行鉴别, 准确度达到 98.5%, 这种方法的重现性较好。

### 3.2.4 电子舌、电子鼻检测法

电子舌可用于定性检测掺入蒸馏水或奶粉的牛乳, 且掺入不同比例的水或奶粉的样品点在结果分析图上呈规律分布<sup>[56,57]</sup>, 以此来定量判断牛乳的掺假情况。徐亚丹等<sup>[58]</sup>采用便携式电子鼻检测了掺入奶粉和水的牛乳, 发现电子鼻可以准确区别出奶粉奶与纯牛乳。电子鼻也可以对含有不同浓度的外来脂肪的牛乳进行定性、定量检测, 发现随着脂肪混合比例增加, 气味指纹也会呈规律性变化(置信区间 95%), 可检测出 0.1% 掺假比。但电子鼻检测主要取决于乳中的挥发性物质, 所以检测具有一定的局限性。

### 3.2.5 低场核磁共振仪

采用低场核磁共振技术可以对牛乳的不同掺假(尿素、复原乳食盐、水和豆浆)进行有效辨识<sup>[59,60]</sup>。利用低场核磁共振技术结合 SIMCA 建立的判别模型, 对牛乳中掺入的水、豆浆、复原乳、尿素和三聚氰胺的检出限为 3%~5%、5%~7%、15%~20%、0.02%~0.04%。利用低场核磁共振技术结合 PLS 建立的判别模型, 对牛乳中掺入的水、豆浆、复原乳、尿素和三聚氰胺的检出限为 1%~3%、1%~3%、15%~20%、0.01%~0.02% 和 0.0031%~0.0062%。两种形式下的模型对掺假物的检测结果存在一定差异, 后者的检测灵敏度更高<sup>[34]</sup>。Le 等<sup>[61]</sup>用核磁共振和差示扫描热法结合对复原乳中水分的结合状态进行了测定, 结果发现这 2 种结合使用比单独使用效果好。该法可以实现快速

检测和实时在线测量,而且对待测样品也不会产生破坏。

### 3.2.6 毛细管电泳法

毛细管电泳,是以高压直流电场作为驱动力、以毛细管作为分离通道的一种新型液相分离技术<sup>[62]</sup>。该法分析速度快、分离效率高、操作方便、进样量极少,但仪器费用较高,较难普及。宋宏新等<sup>[63]</sup>利用毛细管电泳法对牛乳中掺入的蛋白、乳清粉、明胶和大豆分离蛋白进行分析,得到了它们对应的电泳谱图,进而得出这些掺假蛋白的特征峰,适用于半定量分析和定性。饶钦雄等<sup>[64]</sup>设计了原料乳中掺三聚氰胺的高效毛细管电泳-二极管阵列检测器的测定方法。张东送等<sup>[65]</sup>利用毛细管电泳法检测了乳粉及牛乳中的杂蛋白。

### 3.2.7 超声波法

利用超声波乳成分分析仪对原料乳中掺有的食糖、水和食盐进行检测,其结果和 Foss 红外分析仪、国标法结果一致<sup>[66]</sup>。对于加食盐与食糖的牛乳,超声乳成份分析仪测得的固形物含量和蛋白质含量均会显著上升。该方法易操作,耗时短,成本较低。

### 3.2.8 试纸类快速检测

试纸法因具有反应灵敏、检测迅速、携带和使用方便、容易保存且保存时间较长等优点,而得到了较为广泛的应用。目前研制得到食盐试纸的最低检测度为 0.002 g/100 mL,显色时间为 3 s,由砖红变成黄色;碱试纸可以检测的最低浓度是 0.003 g/L,颜色会立即由浅黄转化成蓝色<sup>[36]</sup>。刘美霞等<sup>[67]</sup>基于硫代硫酸钠和焦亚硫酸钠这 2 种牛乳保鲜防腐剂的还原性,采用淀粉指示剂的颜色变化来判断掺假情况,若显蓝色则表明添加剂是阴性,白色则是阳性,检出限是 0.005%。王志琴等<sup>[68]</sup>在定性试纸上加载了溴麝香草酚蓝试剂,制成了掺碱物质检测试纸,利用颜色的变化来判断掺假情况。

### 3.2.9 电极法

电极法检测牛乳的掺假主要依据待测牛乳和纯鲜牛乳电位差的变化进行判断。闫瑞霞等<sup>[69]</sup>按一定的比例配制掺水、淀粉、食盐的乳样,用氟离子选择电极法分别对牛乳样品中的掺假情况进行了分析检测。此法不仅所需样品量少(25 mL),可检出单项、多项掺假,而且检测结果准确、速度快,可用于卫生监督部门监管和收购鲜乳辨别。

除了上述检测方法外,多种成分掺假的检测方法还有极谱法、电位分析法、电导分析法、电导分析法和气相色谱质谱联用技术等<sup>[70-73]</sup>。

## 4 结 语

本文综述了牛乳及其乳制品中主要污染物和掺假物的检测方法,这些方法在检测准确度、灵敏度、操作步骤、分析速度、成本以及环境污染程度方面各有特色。如感官检测和密度法、浓度法和颜色反应等一般传统方法虽然具有成本低,操作简便等特点,但只能对如水、电解质、胶体

物质等特定的污染物进行定性检测。而免疫分析法、试纸法、电极法及包括高效液相色谱法和色谱、质谱等联用技术等仪器检测分析法不仅可以对多种污染物进行定性、定量检测,而且具有精密度高、检测限低等特点。随着科技的不断发展,生物传感器和蛋白质芯片等新兴测定方法也将越来越广泛地应用到牛乳污染物的检测领域。

## 参考文献

- [1] 赵拥军. 乳制品质量安全问题原因探究及对策分析[J]. 企业技术开发, 2012, 10: 111-112.  
Zhao YJ. The causes and countermeasures of dairy products quality and safety problems [J]. Technol Dev Enterprise, 2012, 10: 111-112.
- [2] Zhang HY, Wang SZ. Review on enzyme-linked immunosorbent assays for sulfonamide residues in edible animal products [J]. J Immunol Method, 2009, 350(1-2): 1-13.
- [3] Zhang HY, Wang S, Fan GZ. Applications and recent developments of multi-analyte simultaneous analysis by enzyme-linked immunosorbent assays [J]. J Immunol Method, 2011, 368(1-2): 1-23.
- [4] 方悦, 董文宾, 樊成. 鲜奶掺假检验方法研究进展[J]. 食品研究与开发, 2016, 2: 201-204.  
Fang Y, Dong WB, Fan C. Progress in research on test about milk adulteration [J]. Food Res Dev, 2016, 2: 201-204.
- [5] 田维荣, 赵启阳. 牛奶中抗生素残留检测研究进展[J]. 畜牧与饲料科学, 2012, Z1: 81-83.  
Tian WR, Zhao QY. The research progress of determination of antibiotics residues in milk [J]. Anim Husb Feed Sci, 2012, Z1: 81-83.
- [6] Chen C, Mi XX, Yuan YW, et al. A preliminary risk assessment of potential exposure to naturally occurring estrogens from Beijing (China) market milk products [J]. Food Chem Toxicol, 2014, 71: 74-80.
- [7] 张永胜. 原料乳中抗生素的控制与分析[J]. 食品安全导刊, 2010, 1: 76-77.  
Zhang YS. Control and analysis of antibiotics in raw milk [J]. China Food Saf Magaz, 2010, 1: 76-77.
- [8] 张彩虹, 索宝, 李正洪, 等. 原料奶中抗生素残留及快速检测方法[J]. 当代畜牧养殖业, 2012, 7: 33-36.  
Zhang CH, Suo B, Li ZH, et al. Antibiotic residues in raw milk and rapid detection method [J]. Mod Anim Husband, 2012, 7: 33-36.
- [9] 樊蕴秀. 牛乳中 $\beta$ -内酰胺酶快速筛选方法的研究[J]. 食品工业, 2014, 7: 74-76.  
Fan YX. A study on quickly determining  $\beta$ -lactamase in milk [J]. Food Ind, 2014, 7: 74-76.
- [10] 王晶晶, 黄华国. 牛奶中抗生素残留现状及检测方法的研究进展[J]. 科技视界, 2013, 4: 93-94.  
Wang JJ, Huang HG. Research progress on antibiotic remaining antibiotic residue in beef bowls and measurement method [J]. Sci Technol Vision, 2013, 4: 93-94.
- [11] 王文辉, 刘慧艳, 王玉珏, 等. 牛奶中抗生素残留快速检测方法分析[J]. 中国乳品工业, 2011, 7: 53-55.  
Wang WH, Liu HY, Wang YX, et al. Study of rapid detection methods of antibiotic residue in raw milk [J]. China Dairy Ind, 2011, 7: 53-55.
- [12] Watanabe H, Satake A, Kido Y, et al. Monoclonal-based enzymelinked immunosorbent assay and immunochromatographic assay for enrofloxacin

- in biological matrices [J]. *Analyst*, 2002, 127: 98–103.
- [13] Watanabe H, Satake A, Kido Y, *et al.* Monoclonal-based enzymelinked immunosorbent assay and immunochromatographic rapid assay for dihydrostreptomycin in milk [J]. *Anal Chim Acta*, 2002, 472(1–2): 45–53.
- [14] Strasser A, Usleber E, Schneider E, *et al.* Improved enzyme immunoassay for group-specific determination of penicillins in milk [J]. *Food Agric Immunol*, 2003, 15(2): 135–143.
- [15] 李周敏, 许丹科. 可视化蛋白芯片检测牛奶中庆大霉素的方法研究[J]. *分析科学学报*, 2014, 5: 687–691.  
Li ZM, Xu DK. Protein chips for visualized determination of gentamicin residues in milk [J]. *J Anal Sci*, 2014, 5: 687–691.
- [16] 刘军安, 高美虹, 黄运丽. 牛奶中抗生素残留检测方法的研究进展及展望[J]. *湖北农业科学*, 2010, 49(6): 1481–1483.  
Liu JA, Gao MH, Huang YL. Advance and prospects of detecting techniques for antibiotic residues in milk [J]. *Hubei Agric Sci*, 2010, 49(6): 1481–1483.
- [17] Lamar J, Petz M. Development of a receptor-based microplate assay for the detection of beta-lactam antibiotics in different food matrices [J]. *Anal Chim Acta*, 2007, 586(1–2): 296–303.
- [18] Adrian J, Pinacho D G, Granier B, *et al.* A multianalyte ELISA for immunochemical screening of sulfonamide, fluoroquinolone and  $\beta$ -lactam antibiotics in milk samples using class-selective bioreceptors [J]. *Anal Bioanal Chem*, 2008, 391(5): 1703–1712.
- [19] 李周敏, 方惠群, 许丹科. 牛奶中残留抗生素免疫检测方法研究进展[J]. *生物技术通报*, 2012, 11: 66–72.  
Li ZM, Fang HQ, Xu DK. Immunoassay methods for antibiotic residues in milk [J]. *Biotechnol Bull*, 2012, 11: 66–72.
- [20] 姜莉, 赵守成. 柱后衍生-荧光检测高效液相色谱法快速测定鲜牛奶中链霉素残留量[J]. *分子科学学报*, 2005, 21(1): 20–24.  
Jiang L, Zhao SC. Rapid determination of streptomycin residues in milk by after column derivative-fluorescence detection high performance liquid chromatography (HPLC) method [J]. *J Mol Sci*, 2005, 21(1): 20–24.
- [21] 许娜, 孙海新, 张慧, 等. 牛奶中头孢类药物残留的 HPLC 多联检测方法[J]. *中国乳品工业*, 2016, 2: 50–52, 60.  
Zu N, Sun HX, Zhang H, *et al.* Multigang determination method of cephalosporins in milk by high performance liquid chromatography (HPLC) [J]. *China Dairy Ind*, 2016, 2: 50–52, 60.
- [22] 赵华, 卞永东, 王德祥, 等. 液相色谱-串联质谱法测定动物性食品中 20 种抗生素类药物残留[J]. *化学分析计量*, 2011, 20(1): 20–24.  
Zhao H, Bian YH, Wang DX, *et al.* Determination of 20 kinds of antibiotic drug residues in animal food by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Chem Anal Meter*, 2011, 20 (1): 20–24.
- [23] 刘宏程, 李宁, 林涛, 等. 基质固相分散-超高效液相色谱-质谱检测器测定牛奶中 9 种类固醇激素残留[J]. *色谱*, 2015, 11: 1163–1168.  
Liu HC, Li N, Lin T, *et al.* Determination of nine estrogenic steroids in milk using matrix solid-phase dispersion-ultra high performance liquid chromatography-mass spectrometry detector [J]. *Chin J Chromatogr*, 2015, 11: 1163–1168.
- [24] 李贤良, 严爱花, 郗存显, 等. 液相色谱-串联质谱法同时检测牛奶中 20 种苯二氮卓类药物残留[J]. *分析试验室*, 2013, 4: 42–47.  
Li XL, Yan A H, Xi CX, *et al.* Simultaneous detection of 20 kinds of benzodiazepines drug residues in milk by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Chin J Anal Lab*, 2013, 4: 42–47.
- [25] 戚琦, 黄闵, 谢海华. 离子液体分散液-液微萃取-高效液相色谱法测定牛奶中己烯雌酚[J]. *食品科学*, 2016, 4: 202–205.  
Qi Q, Huang M, Xie HH. Determination of diethylstilbestrol in milk using dispersive liquid-liquid microextraction followed by HPLC [J]. *Food Sci*, 2016, 4: 202–205.
- [26] 黄智鸿, 孙茂红, 王素利, 等. 离子液体涡旋辅助/表面活性剂乳化-液相微萃取测定牛奶中的三嗪类和苯基脲类除草剂[J]. *现代食品科技*, 2016, 1: 266–271, 158.  
Huang ZH, Sun MH, Wang SL, *et al.* Determination of triazine and phenylurea herbicides in milk samples by ionic liquid vortex-assisted surfactant-enhanced emulsification microextraction [J]. *Mod Food Sci Technol*, 2016, 1: 266–271, 158.
- [27] Haasnoot W, Cazemier G, Koets M, *et al.* Detection of five aminoglycosides in reconstituted skimmed milk by single biosensor immunoassay [J]. *Anal Chim Acta*, 2003, 488(1): 53–60.
- [28] 刘瑾, 张婉洁, 王文, 等. 利用 SPR 生物传感器检测牛奶中的氨苄青霉素残留[J]. *化学研究与应用*, 2013, 5: 754–759.  
Liu J, Zhang WJ, Wang W, *et al.* Study on ampicillin residue detection in milk based on SPR biosensors [J]. *Chem Res Appl*, 2013, 5: 754–759.
- [29] Park IS, Kim N. Development of a chemiluminescent immunosensor for chloramphenicol [J]. *Anal Chim Acta*, 2006, 578(1): 19–24.
- [30] Knecht BG, Strasser A, Dietrich R, *et al.* Automated microarray system for the simultaneous detection of antibiotics in milk [J]. *Anal Chem*, 2004, 76(3): 646–654.
- [31] Ye BC, Li SY, Zuo P, *et al.* Simultaneous detection of sulfamethazine, streptomycin, and tylosin in milk by microplate-array based SMM-FIA [J]. *Food Chem*, 2008, 106(2): 797–803.
- [32] 陈敏, 王世平. 食品掺伪检验技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2007.  
Chen M, Wang SP. *Adulterated food technology* [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2007.
- [33] 齐正胜. 牛乳中掺假物的确定[J]. *畜牧业*, 2007, 12: 26–27.  
Qi ZS. Determination of adulteration in the milk [J]. *Livestock Poultry Ind*, 2007, 12: 26–27.
- [34] 姜潮. 基于低场核磁共振技术的牛乳掺假快速检测研究[D]. 杭州: 浙江工商大学, 2012.  
Jiang C. Study on rapid detection of adulterated milk by low-field nuclear magnetic resonance technology [D]. Hangzhou: Zhejiang Industry and Commerce University, 2012.
- [35] 卢太白, 崔胜江, 张晓刚, 等. 乳产品品质检测与掺杂鉴别[J]. *陕西农业科学*, 2006, 5: 47–48, 58.  
Lu TB, Cui SJ, Zhang XG, *et al.* The milk product quality testing and doping identification [J]. *Shaanxi J Agric Sci*, 2006, 5: 47–48, 58.
- [36] 李喆, 王哲哲, 吴也平. 牛奶掺假检验试纸的研制-碱、食盐检测试纸[J]. *高师理科学刊*, 2004, 2: 38–41.  
Li Z, Wang SZ, Wu YP. Development of the test paper for milk adulteration-alkali, salt test paper [J]. *J Sci Coll Univ*, 2004, 2: 38–41.
- [37] 凌虹. 牛奶中尿素的快速检测和影响因素[J]. *中国奶牛*, 2000, 6: 45–47.  
Ling H. Rapid detection and influence factors of urea mixed in milk [J]. *China Dairy Cattle*, 2000, 6: 45–47.
- [38] 张谊, 杜瑞焕, 葛怀礼, 等. 国内外牛奶中尿素含量检测新进展[J]. *农民致富之友*, 2014, 20: 252.  
Zhang Y, Du RH, Ge HL, *et al.* New progress on the detection of urea

- content in milk at home and abroad [J]. *Friends Farmers Get Rich*, 2014, 20: 252.
- [39] 李宏梁, 焦茜楠, 黄俊榕, 等. 酪蛋白沉淀检测方法及其在牛乳经济掺假鉴定中的应用[J]. *食品科技*, 2008, 33(12): 262–266.  
Li HL, Jiao QN, Huang JR, *et al.* Detection method of casein precipitation and its application for economic adulteration identification in milk [J]. *Food Sci Technol*, 2008, 33(12): 262–266.
- [40] 杨欣, 王罕, 苗虹, 等. 牛奶中三聚氰胺的表面增强拉曼光谱检测法与国标检测法的比较[J]. *食品安全质量检测学报*, 2014 (10): 3219–3222.  
Yang X, Wang J, Miao H, *et al.* Comparison between surface-enhanced Raman scattering and the national standard method for detection of melamine in milk [J]. *J Food Saf Qual*, 2014 (10): 3219–3222.
- [41] 孙春燕, 张民伟, 李宏坤, 等. 金纳米粒子比色探针检测牛奶及鸡蛋中的三聚氰胺[J]. *分析化学*, 2012, 3: 386–390.  
Sun CY, Zhang MW, Li HK, *et al.* Detection of melamine in milk and eggs by gold nanoparticles colorimetric probe [J]. *Chin J Anal Chem*, 2012, 3: 386–390.
- [42] 肖锡林, 廖力夫, 李艳春, 等. 牛奶中微量三聚氰胺的分光光度法检测[J]. *应用化工*, 2013, 12: 2284–2286, 2300.  
Xiao XL, Liao LF, Li YC, *et al.* Detection of microscale melamine in milk by spectrophotometer [J]. *Appl Chem Ind*, 2013, 12: 2284–2286, 2300.
- [43] 李芳, 余思莹, 尹王梅, 等. 硫化锌掺锰量子点磷光探针法快速检测牛奶中的三聚氰胺[J]. *当代化工*, 2015, 5: 1185–1187.  
Li F, Yu SY, Yin WM, *et al.* Rapid detection of melamine in milk with the glutathione-coated Mn-doped ZnS quantum dots as a phosphorescent probe [J]. *Contemp Chem Ind*, 2015, 5: 1185–1187.
- [44] 王彦勤. 检验牛奶质量的方法[J]. *现代农业科技*, 2009, 18: 326–328.  
Wang YQ. Method for testing quality of milk [J]. *Mod Agric Sci Technol*, 2009, 18: 326–328.
- [45] 林玲, 杨春亮, 黎珍莲, 等. 高效液相色谱法测定牛奶中苯甲酸、山梨酸和糖精钠[J]. *广东农业科学*, 2008, 12: 135–136, 163.  
Lin L, Yang CL, Li ZL, *et al.* Determination of benzoic acid, sorbic acid and saccharin sodium in milk by HPLC [J]. *Guangdong Agric Sci*, 2008, 12: 135–136, 163.
- [46] Grant A, Kerianne H. Rapid detection of economic adulterants in fresh milk by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Chromatogr A*, 2013, 1288(3): 10–20.
- [47] 金垚, 杜斌, 智秀娟. NIR 技术快速鉴定牛奶品牌与掺假识别[J]. *食品研究与开发*, 2016 (3): 178–181.  
Jin Y, Du B, Zhi XJ. Fast recognition of milk brands and adulterated milk based on the NIR technology [J]. *Food Res Dev*, 2016, (3): 178–181.
- [48] Cattaneo TMP, Holroyd SE. Review: The use of near infrared spectroscopy for determination of adulteration and contamination in milk and milk powder: updating knowledge [J]. *J Near Infrared Spectrosc*, 2013, 21(5): 341–349.
- [49] 韩东海, 鲁超, 刘毅, 等. 生鲜乳中还乳的近红外光谱法鉴别[J]. *光谱学与光谱分析*, 2007, 27(3): 465–468.  
Hai DH, Lu C, Liu Y, *et al.* Fresh milk and milk in near infrared spectroscopy to identify [J]. *Spectrosc Spectral Anal*, 2007, 27(3): 465–468.
- [50] Kasemsumran S, Thanapasc W, Kiatsoonthon A. Feasibility of near-infrared spectroscopy to detect and to quantify adulterants in cow milk [J]. *Anal Sci*, 2007, 23(7): 907–910.
- [51] 荣茵, 刘波平, 邓泽元. 基于模式识别近红外光谱技术快速检测鲜乳和掺假乳[J]. *食品科学*, 2008, 29 (8): 492–495.  
Rong J, Liu BP, Deng ZY. Study on rapid determination of raw milk and adulterated milk using near infrared reflectance spectroscopy based on partial least squares-pattern recognition technique [J]. *Food Sci*, 2008, 29(8): 492–495.
- [52] 刘波平, 荣茵, 邓泽元, 等. 基于自组织竞争神经网络近红外光谱技术对鲜乳和掺假乳的检测方法研究[J]. *分析测试学报*, 2008, 26(11): 1147–1150.  
Liu BP, Rong X, Deng ZY, *et al.* Determination of raw milk and adulterated milk using near infrared reflectance spectroscopy based on partial least squares and self-organizing competitive neural networks [J]. *J Instrum Anal*, 2008, 26(11): 1147–1150.
- [53] Zhang LG, Zhang X, Ni LJ, *et al.* Rapid identification of adulterated cow milk by non-linear pattern recognition methods based on near infrared spectroscopy [J]. *Food Chem*, 2014, 145: 342–348.
- [54] 张泰铭, 方宣启, 赵哲, 等. 非线性化学指纹图谱技术在鉴别和评价甘草及其临床应用中的作用[J]. *科学通报*, 2010, (17): 1661–1669.  
Zhang TM, Fang XQ, Zhao Z, *et al.* Identification and evaluation of liquorice and its clinical application by nonlinear chemical fingerprint technology [J]. *Chin Sci Bull*, 2010, (17): 1661–1669.
- [55] 鲁利利, 董文宾, 张泰铭, 等. 非线性指纹图谱技术鉴别羊奶和牛奶及其产地[J]. *食品与发酵工业*, 2014, 40(3): 201–207.  
Lu LL, Dong WB, Zhang TM, *et al.* Identification of goat milk, milk and its origin by nonlinear fingerprint technology [J]. *Food Ferment Ind*, 2014, 40(3): 201–207.
- [56] Eriksson A, Persson K. Detection of mastitic milk using a gas-sensor array system (electronic nose) [J]. *Int Dairy J*, 2005, 15(12): 1193–1201.
- [57] 李照, 邢黎明, 云战友, 等. 电子鼻测定牛奶中掺入外来脂肪[J]. *乳品科学与技术*, 2008, 1: 39–41.  
Li Z, Xing LM, Yun ZY, *et al.* Study on determination of foreign fat in milk by electronic nose [J]. *J Dairy Sci Technol*, 2008, 1: 39–41.
- [58] 徐亚丹, 王俊, 赵国军. 基于电子鼻对掺假“伊利”牛奶的检测[J]. *中国食品学报*, 2006, 6(5): 111–118.  
Xu YD, Wang J, Zhao GJ. Detection of adulterated “yili” milk based on the electronic nose [J]. *J Chin Inst Food Sci Technol*, 2006, 6(5): 111–118.
- [59] 姜潮, 韩剑众, 范佳利, 等. 低场核磁共振结合主成分分析法快速检测掺假牛乳[J]. *农业工程学报*, 2010, 9: 340–344.  
Jiang C, Han JZ, Fan JL, *et al.* Rapid detection of adulterated milk by low field nuclear magnetic resonance (NMR) combined with principal component analysis (PCA) [J]. *Transact Chin Soc Agric Eng*, 2010, 9: 340–344.
- [60] Jiang C, Han JZ, Fan JL, *et al.* Rapid detection of adulterated milk by low field-nuclear magnetic resonance coupled with PCA method [J]. *Transact Chin Soc Agric Eng*, 2010, 26(9): 340–344.
- [61] Le DA, Mariette F, Marin M. <sup>1</sup>H Nuclear magnetic resonance relaxometry study of water state in milk protein mixtures [J]. *Agric Food Chem*, 2004, 52(17): 5449–5455.
- [62] Springer V, Jacksén J, Ek P, *et al.* Capillary electrophoretic determination of fluoroquinolones in bovine milk followed by off-line MALDI-TOF-MS analysis [J]. *Chromatographia*, 2015, 78 (3–4): 285–290.
- [63] 宋宏新, 刘立新, 马瑛东, 等. 毛细管电泳仪在掺假牛乳检测中的应用[J]. *中国乳品工业*, 2010, 36(12): 45–47.

- Song HX, Liu LX, Ma YD, *et al.* Capillary electrophoresis apparatus in the application of adulteration milk [J]. *China Dairy Ind*, 2010, 36(12): 45–47.
- [64] 饶钦雄, 童敬, 郭平, 等. 高效毛细管电泳法测定牛奶和奶粉中残留的聚氰胺[J]. *色谱*, 2008, 6: 755–758.
- Rao QX, Dong J, Guo P, *et al.* Determination of melamine in milk and milk powder by high performance capillary electrophoresis [J]. *Chin J Chromatogr*, 2008, 6: 755–758.
- [65] 张东送, 庞广昌, 高法国, 等. 毛细管电泳在牛乳中酪蛋白含量测定及掺假检测方面的应用[J]. *食品与发酵工业*, 2005, 01: 130–132.
- Zhang DS, Pang GC, Gao FG, *et al.* Applications of capillary electrophoresis in casein determination and adulteration detection in milk [J]. *Food Ferment Ind*, 2005, 01: 130–132.
- [66] Kasemsumran S, Thanapasc W, Kiatsoonthon A. Feasibility of near-infrared spectroscopy to detect and to quantify adulterants in cow milk [J]. *Anal Sci*, 2007, 23(7): 907–910.
- [67] 刘美霞, 王丹慧, 李梅. 原料乳中焦亚硫酸钠与硫代硫酸钠定性检测方法的改进研究[J]. *学术论坛*, 2011, 6: 70–71.
- Liu MX, Wang DH, Li M. Improvement research on the qualitative test method of coke sodium sulfite and the sodium thiosulfate in raw milk [J]. *Acad Forum*, 2011, 6: 70–71.
- [68] 王志琴, 王军, 张晓红, 等. 牛奶掺碱快速检测试纸的研制[J]. *新疆农业科学*, 2010, 47(8): 1651–1655.
- Wang ZQ, Wang J, Zhang XH, *et al.* Research on quick test paper for detection of alkaline adulteration in milk [J]. *Xinjiang Agric Sci*, 2010, 47(8): 1651–1655.
- [69] 闫瑞霞, 李胜利, 何玲, 等. 氟离子选择电极法快速检测鲜奶掺假[J]. *实验室研究与探索*, 2012, 31(8): 201–203.
- Yan RX, Li SL, He L, *et al.* Rapid detection of milk adulteration by selective fluoride-electrode [J]. *Res Explor Lab*, 2012, 31(8): 201–203.
- [70] Nascimento WWG, Oliveira MAL, Furtado MAM, *et al.* Development and optimization of an alternative methodology for detection of milk adulteration by water [J]. *J Food Sci Eng*, 2013, 3(7): 363.
- [71] Sadat A, Mustajab P, Khan IA. Determining the adulteration of natural milk with synthetic milk using ac conductance measurement [J]. *J Food Eng*, 2006, 77(3): 472–477.
- [72] Kamthania MC, Saxena J, Saxena K, *et al.* Milk Adultration: Methods of detection & remedial measures [C]. *National Conference on Synergetic Trends in Engineering and Technology (STET-2014) International Journal of Engineering and Technical Research*, 2014.
- [73] Lutter P, Savoy-Perroud MC, Campos-Gimenez E, *et al.* Screening and confirmatory methods for the determination of melamine in cow's milk and milk-based powdered infant formula: validation and proficiency-tests of ELISA, HPLC-UV, GC-MS and LC-MS/MS [J]. *Food Control*, 2011, 22(6): 903–913.

(责任编辑: 姚 菲)

### 作者简介



魏燕超, 研究生, 主要研究方向为畜产品科学。

E-mail: 396654995@qq.com



刘永峰, 博士, 副教授, 硕士研究生导师, 主要研究方向为畜产品科学与营养。

E-mail: yongfeng200@126.com