

# 液体乳中三聚氰胺的快速检测产品评价研究

张 威, 郭 丹, 兰 伟, 胡重怡, 郭 平, 匡佩琳\*

(江西省食品检验检测研究院, 南昌 330001)

**摘 要:** **目的** 评价液体乳中三聚氰胺的快速检测产品。**方法** 采用空白基质加标的方式制备了三聚氰胺 3 个不同浓度水平的牛奶盲样, 并验证盲样的均匀性和稳定性, 对 3 个不同厂家的三聚氰胺胶体金试纸条、3 台不同的便携式拉曼光谱仪进行评价测试, 系统性地研究了快速检测产品评价方法。**结果** 各快速检测产品灵敏度分别为 100%(5 个)和 99.3%(1 个), 特异性均为 100%, 假阴性率为 0%(5 个)和 0.7%(1 个), 假阳性率均为 0%。**结论** 本研究用于液体乳中三聚氰胺检测的快速检测产品符合性能指标的要求, 满足市场监管的需要。

**关键词:** 三聚氰胺; 牛奶; 胶体金试纸条; 拉曼光谱仪

## Evaluation of rapid detection products for melamine in liquid milk

ZHANG Wei, GUO Dan, LAN Wei, HU Zhong-Yi, GUO Ping, KUANG Pei-Lin\*

(Jiangxi Institute For Food Control, Nanchang 330001, China)

**ABSTRACT: Objective** To evaluate the rapid detection products for melamine in liquid milk. **Methods** Three milk blind samples with different concentrations of melamine were prepared by using blank matrix labeling method, and the uniformity and stability of the blind samples were verified. The products evaluation method of rapid test were systematically studied by evaluating and testing melamine colloidal gold strips and three different portable Raman spectrometers from three different manufacturers. **Results** The sensitivity of each rapid test product were 100% (5) and 99.3% (1), the specificity was 100%, the false negative rate were 0% (5) and 0.7% (1), and the false positive rate was 0%. **Conclusion** In this study, the rapid testing products used for melamine detection in liquid milk meet the requirements of performance indicators and market supervision.

**KEY WORDS:** melamine; fresh milk; colloidal gold test strip; Raman spectrometer

## 1 引 言

三聚氰胺(1,3,5-三嗪-2,4,6-三胺, melamine), 俗称密胺、蛋白精, 是一种三嗪类含氮杂环有机化合物, 被用作化工原料<sup>[1-3]</sup>。它是白色单斜晶体, 几乎无味, 微溶于水(3.1 g/L 常温)。三聚氰胺的含氮量高达 66.6%, 食品中蛋白质含量的检测标准是通过测氮含量来表征蛋白质的含

量<sup>[4]</sup>。因此, 在牛奶及其制品中添加三聚氰胺可提高氮含量, 违法分子通过此手段来提高牛奶中的“蛋白质”含量, 以达到谋取利益的目的<sup>[5]</sup>。三聚氰胺对人体有害, 医学研究证明, 其对肾脏损害严重, 可引起功能衰竭、肾结石、膀胱癌、甚至致死, 对婴幼儿的危害更为严重<sup>[6,7]</sup>。2008 年暴发的“三鹿奶粉事件”, 导致数万名儿童受害<sup>[8]</sup>。2017 年, 世界卫生组织国际癌症研究机构将三聚氰胺列为 2B

**基金项目:** 国家市场监督管理总局技术保障专项项目(2020YJ017)、江西省市场监督管理局科技计划项目(GSJK20193)

**Fund:** Supported by the Special Program for Technical Support of the State Administration for Market Regulation (2020YJ017), and Science and Technology Program of the Jiangxi Administration for Market Regulation (GSJK20193)

\***通讯作者:** 匡佩琳, 主任药师, 主要研究方向为食品安全检验。E-mail: 1228613920@qq.com

\***Corresponding author:** KUANG Pei-Lin, Chief Pharmacist, Jiangxi Institute for Food Control, Nanchang 330001, China. E-mail: 1228613920@qq.com

类致癌物<sup>[9]</sup>。

国际食品法典委员会规定了三聚氰胺的限量要求:食品(非婴儿配方食品)和饲料为 2.5 mg/kg、婴儿液态配方食品为 0.15 mg/kg、婴儿配方乳粉为 1 mg/kg<sup>[10]</sup>。2011 年 4 月 6 日,国家卫生部联合其他 4 个部委共同发布了“关于三聚氰胺在食品中的限量值的公告”<sup>[11]</sup>。该公告规定三聚氰胺既不能作为食品原料,也不能作为食品添加剂使用,禁止人为添加到食品中。参考国际食品法典委员会的三聚氰胺限量标准,规定我国三聚氰胺在食品中的限量值如下:婴儿配方食品中的限量值为 1.0 mg/kg,其他食品中的限量值为 2.5 mg/kg,高于上述限量的食品则为不合格产品。

目前,三聚氰胺的检测方法主要有液相色谱法、液相色谱串联质谱法<sup>[12,13]</sup>、拉曼光谱法<sup>[14-16]</sup>、免疫分析法<sup>[17-20]</sup>、生物传感器法<sup>[21,22]</sup>等。其中常规实验室方法可精确定量,但是存在样品前处理过程繁琐,检测时间长、成本高,难以满足基层监管过程中快速检测出结果的需求。因此,市场急需快速、简便的检测方法,对牛奶及其制品的原料、产品进行全方位的控制。

当前,三聚氰胺的胶体金免疫层析试纸条、表面增强拉曼光谱仪用于牛奶中三聚氰胺的检测。2 类方法具有简便、快速、易于操作等优点,易于配备基层监管快速检测室、快速检测车、农贸市场快速检测室、大型商超等。市场上的食品快速检测产品多为胶体金免疫层析试纸条/卡。另外,大多数省级食品监管机构配备了拉曼光谱仪。为了保证快速检测产品在使用过程中的有效性和可靠性,发挥其监管作用,有必要对快速检测产品的性能指标等进行评价。

在国内,对快速检测试剂的管理还处于初步发展阶段,在实际应用过程中面临许多问题。国家市场监管局不断推动以评价机制促进优胜劣汰,维护市场良性循环,使食品快速检测在监管中真正发挥有效作用。2017 年,国家食药总局发布了《关于规范食品快速检测方法使用管理的意见》(食药监科[2017]49 号)<sup>[23]</sup>,强调严格控制快检质量,省市各级食品监管机构应按照《食品快速检测方法评价技术规范》<sup>[24]</sup>和相应快速检测方法等要求,通过盲样测试等方式对快速检测产品进行评价。快检产品评价工作应贯穿在整个快检工作周期中,确保产品质量满足规定的性能要求。

《食品快速检测方法评价技术规范》作为快速检测产品评价的纲领性文件,对快速检测产品的评价指标、方法、步骤、结果及报告出具等作出了基本要求。但是,如何实施具体的快速检测产品评价工作,仍然是一个难题。例如,盲样的制备、均匀性和稳定性确定方法、样品数量和浓度水平设置、快检结果与参比方法的一致比较等。本研究以三聚氰胺的胶体金试纸条和表面增强拉曼光谱仪的快检评价为例,系统性地研究上述 2 类快检产品评价过程中涉及

到的样品数量和浓度水平设置、样品制备方法、均匀性和稳定性验证等问题,从评价工作中发现问题和探讨解决问题的方法。以期为食品快检产品评价工作提供实践依据,作为相关工作的技术参考,促进我国食品快检产品评价工作的成熟与发展。

## 2 材料与方法

### 2.1 材料与试剂

三聚氰胺标准品(纯度>99.0%,中国 Aladdin 公司);甲醇、乙腈(色谱纯,西班牙 SCHARLAB S.L.公司);氨水(25%~28%)、三氯乙酸、柠檬酸(国药集团化学试剂有限公司,中国);辛烷磺酸钠(英国 Fisher Chemical 公司);阳离子交换固相萃取柱(美国 Waters 公司)。

### 2.2 仪器与设备

Ulti Mate 3000 高效液相色谱仪(配有紫外检测器,美国 Agilent Technologies 公司);QUINTIX213-1CN 电子天平(赛多利斯科学仪器有限公司);C<sub>18</sub> 色谱柱(4.6 mm×250 mm 5-Micron,美国 Agilent Technologies 公司);RCT basic 磁力搅拌器(德国 IKA 公司);KQ300VDE2 超声波清洗器(昆山舒美超声仪器有限公司);N-EVAP 氮吹仪(美国 Organomation 公司);Milli-Q 超纯水处理系统(美国 Millipore 公司);固相萃取装置(美国安捷伦公司)。

### 2.3 实验方法

#### 2.3.1 溶液准备

甲醇水溶液(50%, V/V);氨化甲醇溶液(5%, V/V);离子对试剂缓冲液:2.10 g 柠檬酸和 2.16 g 辛烷磺酸钠,加入约 980 mL 水溶解,调节 pH 至 3.0 后,定容至 1 L 备用。

本次评价实验使用三聚氰胺快速检测试纸条/卡和表面增强拉曼光谱仪。采取网上查询,采购知名度较高的快速检测产品和设备,对快速检测产品进行了编序:A、B、C(3 个不同厂家的胶体金试纸条/卡),D(表面增强拉曼光谱检测前处理试剂盒),E、F、G(3 个不同厂家的表面增强拉曼光谱仪)。

#### 2.3.2 三聚氰胺回收实验

开展牛奶中三聚氰胺添加回收实验,确保参比方法的准确性,为盲样制备实验做好准备。选择无三聚氰胺的鲜牛奶,添加三聚氰胺标准品并混匀,然后采用 GB/T 22388-2008《原料乳与乳制品中三聚氰胺检测方法》第一法高效液相色谱法(high performance liquid chromatography, HPLC)<sup>[12]</sup>检测三聚氰胺含量,确定添加回收率。具体实验步骤如下:(1)选取不含三聚氰胺的鲜牛奶;(2)每 3 个样品为一组,共 3 组 9 个样品,每组样品中添加三聚氰胺标准溶液至浓度水平分别为 0、2.5、5.0 mg/kg。(3)采用 GB/T 22388-2008<sup>[12]</sup>第一法(HPLC 法),对上述 9 个样品进行检测,

并计量各样品的添加回收率。

### 2.3.3 评价用盲样的制备

按照原食药总局发布的《食品快速检测方法评价技术规范》(食药监办科[2017]43号)<sup>[24]</sup>的要求, 实验室制备盲样应满足“基质符合性和与实际食品样品所含物质成分相似性”的要求。该规范同时对测试水平的设置提出了要求, 测试水平可设置为可检测区分的水平(不少于 3 个)。本研究选用鲜牛奶为基质, 设置 3 个浓度水平: 0 mg/kg(阴性样品)、2.5 mg/kg(阳性样品 1)、5.0 mg/kg(阳性样品 2), 满足规范的要求。

市场上购买鲜牛奶, 经实验室检测确认不含三聚氰胺, 作为空白(阴性)样品。将牛奶装入三角玻璃瓶, 逐滴加入三聚氰胺溶液(2.099 mg/mL, 50%甲醇), 使浓度达到上述浓度水平, 置于 4 °C 冰箱, 磁力搅拌(500 r/min)约 12 h。以 GB/T 22388-2008<sup>[12]</sup>第一法(HPLC 法)检测样品, 确定实际浓度, 并置于 4 °C 储存备用。

### 2.3.4 盲样的均匀性和稳定性验证

根据食品快速检测方法评价技术规范<sup>[24]</sup>的要求, 盲样必须进行批内均匀性检查, 并进行评价期内稳定性检查, 以保证快速检测产品评价实验的准确性和公正性。按照“2.3.2”的操作方法, 制备了 2.5 mg/kg 和 5.0 mg/kg 2 种浓度水平的样品各 160 g。从前述 2 种样品中各随机抽取 10 个样品, 再从每个样品中称取 2 份样品(2 g/份), 都按 GB/T 22388-2008<sup>[12]</sup>第一法(HPLC 法)进行检测。采用单因素方差分析法进行数据分析, 通过 *F*-检验验证样品的均匀性<sup>[25]</sup>, 使用的软件为 IBM SPSS Statistics 22。同样在每个浓度水平的样品中选取 6 个样品, 再从每个样品中取出 2 份样品(2 g/份), 第 1 份样品都按 GB/T 22388-2008<sup>[12]</sup>第一法(HPLC 法)进行检测, 第 2 份样品在 4 °C 条件放置 5 d, 再采用同样的方法进行检测。依据 CNAS-GL003<sup>[25]</sup>规定, 不同储存时间样品的三聚氰胺检测平均值与初始平均值进行 *t* 检验分析, 以检验样品在评价期内的稳定性。

### 2.3.5 快速检测产品评价与结果分析

本次实验的操作人员具有长期从事快速检测工作的经验。采购的快速检测产品, 每个厂家的快速检测产品需来源于同一批次, 采购后需进行检查, 主要包括包装完整性、产品说明书、配备试剂/辅助设备、产品基质的适用范围和标示检测限。根据食品快速检测方法评价技术规范<sup>[24]</sup>的要求, 每个浓度水平的样品不得少于 50 例。采用 200 份盲样, 其中阴性样品 1、阳性样品 1 和阳性样品 2 分别为 50 例、100 例和 50 例, 进行各个厂家快检产品/仪器的评价实验。按照各产品/仪器检测方法进行样品检测, 记录检测结果, 并在实时记录环境条件(温度和湿度)。按照三聚氰胺的快速检测方法: 液体乳中三聚氰胺的快速检测胶体金免疫层析法、液体乳中三聚氰胺的快速检测拉曼光谱法, 样品检测的同时

进行质控实验, 2 份阴性样品(0 mg/kg)和 2 份加标样品(2.5 mg/kg)与测试样品同时进行, 确保检测结果准确可靠。

按照规范中规定的快检产品性能指标计算表<sup>[24]</sup>得出胶体金试纸条和表面增强拉曼光谱仪的性能指标。为了考查各快检产品的检测时间, 按照各快检产品自身的样品前处理、检测以及判定方法进行测试, 记录每种产品整个检测过程所需时间。

## 3 结果与分析

### 3.1 添加回收实验

本次评价实验采用不含三聚氰胺的鲜牛奶为基质, 以 GB/T 22388-2008<sup>[12]</sup>第一法(HPLC 法)检测盲样的均匀性和稳定性。为保证检测结果的准确性, 先验证三聚氰胺在牛奶基质中的添加回收率, 结果见表 1。2 种浓度水平的添加回收率均大于 85%, 添加回收实验结果符合本研究的需求。

表 1 牛奶基质三聚氰胺添加回收实验结果 ( $n=3$ )  
Table 1 Results of melamine addition and recovery in fresh milk matrix ( $n=3$ )

添加浓度/(mg/kg)	检测结果/(mg/kg)	回收率/%
0	ND	--
2.5	2.14	85.6
5.0	4.98	99.7

注: a, 3 个重复。ND, 未检出。

### 3.2 样品的均匀性检验

参照 CNAS-GL003:2018<sup>[25]</sup>进行样品的均匀性和稳定性检验。各浓度水平样品的均匀性检测结果如表 2 所示, 采用 *F*-检验对数据进行统计分析。从 GB/T 15000.5-1994《标准样品工作导则(5) 化学成分标准样品技术通则》<sup>[26]</sup>的附录 B 查看得到  $F_{0.05(9, 10)}=3.02$ , 样品间和样品内自由度分别为 9 和 10, SPSS 软件分析本实验结果的 *F* 值分别为 0.503 和 0.598, 对应的 *P* 值分别为 0.842 和 0.774, 如表 3 所示。2 组浓度水平均匀性检验的 *F* 值小于  $F_{0.05(9, 10)}$ , *P* 值大于 0.05, 表明在 0.05 显著水平时, 2 种盲样中三聚氰胺浓度水平无显著性差异, 即样品中三聚氰胺分布是均匀的。

### 3.3 样品的稳定性检验

将不同储存时间样品中三聚氰胺检测结果平均值与初始检测结果平均值进行一致性比较, 采用 *t* 检验法, 参考 CNAS-GL003:2018<sup>[25]</sup>中的公式计算 *t* 值, 如表 4 所示。查 GB/T 15000.5-1994<sup>[26]</sup>的附录 F“*T* 检验法分位数表”,  $t_{0.05(10)}=2.23$ , 计算的 *t* 值分别是 0.15、1.095, 所有 *t* 值均  $< t_{0.05(10)}$ , 表明制备的盲样存放 5 d, 第 2 次检测结果与初始检测结果之间无显著性差异。因此, 从盲样制备完成到评

价实验, 时间要求需在 5 d 内完成。

表 2 2 种浓度水平样品的均匀性检测结果  
Table 2 Uniformity test results of samples with two concentration levels

添加浓度 (mg/kg)	检测值 1/(mg/kg)	检测值 2/(mg/kg)	总平均值 (mg/kg)
2.5	2.26	1.83	2.07
	2.07	1.87	
	2.24	2.02	
	2.29	2.06	
	1.93	1.96	
	2.06	1.99	
	2.06	2.07	
	2.08	2.22	
	2.2	1.94	
	2.15	2.02	
5.0	4.16	4.55	4.35
	4.24	4.53	
	4.09	4.26	
	4.43	4.37	
	4.20	4.50	
	4.50	4.35	
	4.47	4.44	
	4.26	4.30	
4.28	4.37		
4.45	4.30		

表 3 测试样品的均匀性分析结果  
Table 3 Uniformity analysis results of test samples

添加浓度	变性 来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值	$F_{crit}$
2.5 mg/kg	样品间	0.099	9	0.011	0.503	0.842	3.02
	样品内	0.218	10	0.022			
	总变异	0.317	19				
5.0 mg/kg	样品间	0.111	9	0.012	0.598	0.774	3.02
	样品内	0.206	10	0.021			
	总变异	0.317	19				

表 5 快速检测产品外观检查结果  
Table 5 Results of rapid inspection of product appearance inspection

厂家编号	评价内容				
	产品包装完整性和 密封性	标签(产品编号、规格、批号、 有效期、储存条件)完整性	试剂、配套器材	产品说明书内 容是否完整	检测限 (mg/kg)
A	√	√	试纸条、金标微孔、板架	√	0.05
B	√	√	试纸条、金标微孔、板架、滴管	√	0.1~0.09
C	√	√	试纸条、滴管、稀释液	√	0.5
D	√	√	试剂(4 瓶)、增强试剂(1 瓶)	√	2.5

注: 产品说明书内容包括检测原理、适用范围、检测限、产品组成、溶液配制、样品前处理方法、检测步骤、结果判断、特异性、储存及有效期、注意事项等的描述。

表 4 测试样品的稳定性分析结果  
Table 4 Stability analysis results of test samples

	2.5 mg/kg		5.0 mg/kg	
	变量 1	变量 2	变量 1	变量 2
平均值 (mg/kg), $x_1$	2.47	2.46	5.05	4.95
标准偏差, $S_1$	0.144	0.076	0.155	0.142
检测数, $n_1$	6	6	6	6
$t$ 值	0.15		1.095	

注: 变量 1, 样品初始的检测结果; 变量 2, 储存 5 d 后的性检测结果。

### 3.4 产品的外观与适用性

通过对各厂家的快速检测产品的外包装、标识、说明书、试剂、配备器具等进行查验。所有快检产品外包装完整、说明书完好、试剂齐全、密封完好、基质适用、检测限符合要求, 如表 5 所示。各快检产品的检测低限分别为 0.05、0.1~0.09、0.5、2.5 mg/kg。

快速检测产品实际应用中, 主要用于基层食品监管人员对食品/食用农产品进行现场检查, 或者养殖/种植企业自检自查。快检工作在相对简陋的实验条件进行, 并且检测结果要快速、准确。因此, 本研究从环境条件、前处理难度、检测时间等角度考察了快速检测产品现场应用的适用性, 结果见表 6。4 种快速检测产品, 表面增强拉曼光谱方法配备的表面增强试剂纳米银离子试剂和 B 快速检测产品需在 4 °C 条件储存, 在现场应用时需要配备冷藏设备。A、B 2 种快速检测产品的使用过程需要加热辅助工具, 其他快速检测产品的使用均无需特定温度条件。A、B 快速检测产品使用过程均无样品前处理过程, 操作简单。D 快速检测试剂盒是用于表面增强拉曼光谱仪的检测, 样品前处理需要两次提取和离心操作, 操作过程明显较复杂。表 6 中统计结果反映 4 种快速检测试剂盒都相对简单, 能较好地完成现场检测任务, 适用性良好。

表 6 4 种三聚氰胺快速检测产品的适用性评价  
Table 6 Applicability evaluation of four melamine rapid test products

产品编号	保存条件	测试温度	提取溶液	检测步骤	辅助设备/耗材	检测时间 <sup>a</sup>
A	(20±5) °C, 避光干燥	50 °C 孵育	无	加样; 温育; 加试纸条; 温育; 判读	移液枪、孵育器	11 min
B	2~8 °C, 避光干燥	(40±2) °C 孵育	无	加样; 温育; 加试纸条; 温育; 判读	移液枪、孵育器	9 min
C	2~30 °C, 避光干燥	室温 <sup>b</sup>	稀释液(自带)	取样; 稀释; 加样; 反应; 判读	移液枪	7 min
D	仅纳米粒子试剂 2~8 °C	室温 <sup>b</sup>	提取液(自带)	取样; 加提取液; 离心; 取上清; 加提取液; 离心; 取上清; 加反应试剂和纳米粒子试剂; 检测	离心机、移液枪、SERS 管	14 min

注: a: 单个样品按产品说明书进行前处理、检测和判读, 平行重复测试 3 次, 所需时间。b: 快速检测产品说明书无明确的测试温度要求, 故用室温条件。

### 3.5 快速检测产品评价结果

本研究以不含三聚氰胺的鲜牛奶为基质, 采用加标的方法制备了三聚氰胺限量水平和 2 倍限量水平的盲样, 对 3 个不同厂家的胶体金免疫层析试纸条/卡和 3 个不同拉曼光谱仪(同 1 种试剂盒进行样品前处理)进行评价测试, 见表 7。评价结果表明, 添加回收率高, 盲样均匀性和稳定性符合要求, 快检产品的常规指标(外包装、说明书、配套试剂/器具等)良好, 检测低限符合限量要求, 适用性良好。2 倍限量值浓度的样品测试结果全部为阳性, 表明三

聚氰胺在高浓度时, 所有胶体金试纸条/卡、拉曼光谱仪都能够很准确地检测出来。1 倍限量值浓度的样品测试结果也几乎全部为阳性, 表明胶体金试纸条/卡、拉曼光谱法能够保证三聚氰胺超标的样品全部被检出不合格。所有快速检测产品及仪器对空白样品全部显示阴性结果。产品的性能指标符合《液体乳中三聚氰胺的快速检测胶体金免疫层析法》<sup>[27]</sup>、《液体乳中三聚氰胺的快速检测拉曼光谱法》<sup>[28]</sup>性能指标(灵敏度应≥99%、特异性应≥85%、假阴性率应≤1%、假阳性率应≤15%)的要求。

表 7 三聚氰胺快速检测产品评价统计结果  
Table 7 Statistics results of melamine rapid test products evaluation

添加浓度	胶体金试纸条						拉曼光谱仪					
	A 厂家		B 厂家		C 厂家		E 厂家		F 厂家		G 厂家	
	阳性	阴性	阳性	阴性	阳性	阴性	阳性	阴性	阳性	阴性	阳性	阴性
5.0 mg/kg	50	0	50	0	50	0	50	0	50	0	50	0
2.5 mg/kg	100	0	100	0	99	1	100	0	100	0	100	0
0 mg/kg	0	50	0	50	0	50	0	50	0	50	0	50
灵敏度	100%		100%		99.3%		100%		100%		100%	
特异性	100%		100%		100%		100%		100%		100%	
假阴性率	0%		0%		0.7%		0%		0%		0%	
假阳性率	0%		0%		0%		0%		0%		0%	
相对准确度	100%		100%		99.5%		100%		100%		100%	

目前,原国家食品药品监督管理总局和市场监管总局先后共发布了 24 项食品快速检测方法。其中 17 种快速检测方法都是胶体金免疫层析法。免疫层析法是以抗原抗体特异性结合为基础建立的检测方法,具有灵敏度高、特异性强的特点<sup>[29,30]</sup>。但是,该类检测方法以定性检测为主,难以精确定量,当待测物浓度在小范围内变化时,检测结果难以随之变化,接近限量值水平的阴性样品极有可能检测出阳性的结果。

由评价结果可知,浓度水平是影响评价结果的关键因素。设置样品不同浓度水平评价同一快速检测产品(尤其是采用介于空白和限量水平之间的样品),性能指标必然不同。不同机构的评价结果相互矛盾,评价报告将丧失可信度,引起市场混乱。

胶体金试纸条/卡的结果判定需进一步标准化。该类检测方法是检测线(T线)与控制线(C线)的颜色深浅来判定阴性/阳性结果。在现场检测工作中,颜色深浅的比较全凭肉眼观察,无统一的量化标准,只能根据个人判断确定结果,易导致人为判断差异。因此需要建立数字化的统一判定标准。

## 4 结 论

快速检测产品评价要为用户出具综合性的评价结果,不仅要评价产品的性能指标,判断其性能指标是否符合要求,也要评价其适用性,不同快速检测产品的样品前处理难易程度、检测时间、检测成本、辅助仪器配备、结果判定等各不相同。本研究阐明了多种因素对快速检测产品评价结果的影响,其中样品浓度水平设置是影响快速检测产品性能指标评价结果的关键因素。

## 参 考 文 献

- [1] 孙美琦,李翠枝,张文,等.三聚氰胺的毒理学研究进展[J].畜牧与饲料科学,2012,33(7):46-52.  
Sun MQ, Li CZ, Zhang W, *et al.* The research progress of toxicology of melamine [J]. Anim Husb Feed Sci, 2012, 33(7): 46-52.
- [2] Menbere LM, Su WN, Chen CH, *et al.* Ag@SiO<sub>2</sub> nanocubes loaded miniaturized filter paper as hybrid flexible plasmonic SERS substrate for trace melamine detection [J]. Anal Methods, 2017, (9): 6823-6829.
- [3] Liang X, Zhang XJ, You TT, *et al.* Three-dimensional MoS<sub>2</sub>-NS@Au-NPs hybrids as SERS sensor for quantitative and ultrasensitive detection of melamine in milk [J]. J Raman Spectroscop, 2017, (6): 1-11.
- [4] GB 5009.5-2016 食品安全国家标准食品中蛋白质的测定[S].  
GB 5009.5-2016 National food safety standard-Determination of protein in foods [S].
- [5] 邓妍,尹海涛.基于社会责任视角的企业风险与供应链管理关系研究——以“三聚氰胺”毒奶粉事件为例[J].上海管理科学,2015,37(1):48-54  
Deng Y, Yin HT. Research on the relationship between enterprise risk and supply chain management from the perspective of social responsibility a case study of the milk powder tainted with melamine [J]. Shanghai Manage Sci, 2015, 37(1): 48-54
- [6] Langman CB, Alon U, Ingerlfinger J, *et al.* A position state-ment on kidney disease from powdered infant formula-based melamineexposure in Chinese infants [J]. Pediatr Nephrol, 2009, 24(7): 1263-1266.
- [7] Hau AK, Kwan TH, Li PK. Melamine Toxicity and the Kidney. J Am Soc Nephrol [J]. 2009, 20(2): 245-250.
- [8] 中国奶制品污染事件 [EB/OL]. [2008-09-16].  
<https://baike.baidu.com/item/%E4%B8%AD%E5%9B%BD%E5%A5%B6%E5%88%B6%E5%93%81%E6%B1%A1%E6%9F%93%E4%BA%8B%E4%BB%B6/86604?fr=aladdin>  
China's dairy product contamination incident [EB/OL]. [2008-09-16].  
<https://baike.baidu.com/item/%E4%B8%AD%E5%9B%BD%E5%A5%B6%E5%88%B6%E5%93%81%E6%B1%A1%E6%9F%93%E4%BA%8B%E4%BB%B6/86604?fr=aladdin>
- [9] 世界卫生组织国际癌症研究机构发布的部分致癌物清单(2017年) [EB/OL]. [2017-01-10].  
<https://wenku.baidu.com/view/fdc2a558edf9aef8941ea76e58fafab068dc4402.html>  
Part of the list of carcinogens issued by the International Agency for Research on Cancer of the World Health Organization (2017) [EB/OL]. [2017-01-10].  
<https://wenku.baidu.com/view/fdc2a558edf9aef8941ea76e58fafab068dc4402.html>
- [10] CAC CODEX STAN 193-1995 General standard for contaminants and toxins in food and feed (Adopted in 1995 Revised in 1997, 2006,2008, 2009 Amended in 2010, 2012, 2013,2014,2015, 2016, 2017, 2018) [Z].
- [11] 关于三聚氰胺在食品中的限量值的公告 [EB/OL]. [2020-09-16].  
<http://www.miit.gov.cn/n1146285/n1146352/n3054355/n3057601/n3057608/c3866334/content.html>.  
Announcement on the limit value of melamine in food [EB/OL]. [2020-09-16].  
<http://www.miit.gov.cn/n1146285/n1146352/n3054355/n3057601/n3057608/c3866334/content.html>.
- [12] GB/T 22388-2008 原料乳与乳制品中三聚氰胺检测方法[S].  
GB/T 22388-2008 Determination of melamine in raw milk and dairy products [S].
- [13] GB/T 22400-2008 原料乳中三聚氰胺快速检测液相色谱法[S].  
GB/T 22400-2008 Rapid determination of melamine in raw milk-High performance liquid chromatography method [S].
- [14] Nie BB, Luo YY, Shi JP, *et al.* Bowl-like Pore array made of hollow Au/Ag alloy nanoparticles for SERS detection of melamine in solid milk powder [J]. Sensor Actuat B-Chem, 2019, 301: 127087-127095.
- [15] Viehrig M, Rajendran ST, Sanger K, *et al.* Quantitative sers assay on a single chip enabled by electrochemically assisted regeneration: a method for detection of melamine in milk [J]. Anal Chem, 2020, 92(6): 4317-4325.
- [16] Liu SJ, Kannegulla A, Kong XM, *et al.* Simultaneous colorimetric and surface-enhanced Raman scattering detection of melamine from milk [J]. Spectrochim Acta A, 2020, 231: 118130-118136.
- [17] 谢体波,李平,易重任,等.三聚氰胺 ELISA 试剂盒在食品检测中的检测效果研究[J].食品安全质量检测学报,2015,6(3):1016-1021  
Xie TB, Li P, Yi ZR, *et al.* Research on detection results of melamine

- enzyme-linked immune sorbent assay detection kit in food [J]. *J Food Saf Qual*, 2015, 6(3): 1016–1021.
- [18] 汤轶伟, 焦雪晴, 崔芷萌, 等. 牛奶中三聚氰胺残留胶体金免疫层析快速检测方法研究[J]. *渤海大学学报(自然科学版)*, 2019, 40(2): 113–118. Tang YW, Jiao XQ, Cui ZM, *et al.* Study on colloidal gold test strip for rapid detection of melamine residues in milk [J]. *J Bohai Univ (Nat Sci Ed)*, 2019, 40(2): 113–118.
- [19] Sun FX, Liu LQ, Kuang H, *et al.* Development of ELISA for melamine detection in milk powder [J]. *Food Agr Immunol*, 2013, 24(1): 79–86.
- [20] Umesh S, Alok KS, Manonmani HK. Melamine detection in food matrices employing chicken antibody (IgY): A comparison between colorimetric and chemiluminescent methods [J]. *Curr Anal Chem*, 2019, 15(6): 668–677.
- [21] Ren QX, Shen XY, Sun YY, *et al.* A highly sensitive competitive immunosensor based on branched polyethyleneimine functionalized reduced graphene oxide and gold nanoparticles modified electrode for detection of melamine [J]. *Food Chem*, 2020, 304: 125397–125403.
- [22] Li Q, Wang HB, Yue XF, *et al.* Perovskite nanocrystals fluorescence nanosensor for ultrasensitive detection of trace melamine in dairy products by the manipulation of inner filter effect of gold nanoparticles [J]. *Talanta*, 2020, 211: 120705–120711.
- [23] 总局关于规范食品快速检测方法使用管理的意见[EB/OL]. [2020-09-16]. <http://samr.cfda.gov.cn/WS01/CL1605/173600.html>.  
Opinions of the general administration on regulating the use and management of fast food testing Methods [EB/OL]. [2020-09-16]. <http://samr.cfda.gov.cn/WS01/CL1605/173600.html>.
- [24] 总局办公厅关于印发食品快速检测方法评价技术规范的通知[EB/OL]. [2020-09-16]. <http://samr.cfda.gov.cn/WS01/CL1605/171311.html>.  
Notice of the general office of the general administration of china on issuing the technical specifications for the evaluation of fast food testing methods [EB/OL]. [2020-09-16]. <http://samr.cfda.gov.cn/WS01/CL1605/171311.html>.
- [25] CNAS-GL003:2018 能力验证样品均匀性和稳定性评价指南[S].  
CNAS-GL003:2018 Guidance on evaluating the homogeneity and stability of samples used for proficiency testing [S].
- [26] GB/T 15000.5-1994 标准样品工作导则(5) 化学成分标准样品技术通则[S].  
GB/T 15000.5-1994 Directives for the work of reference materials(5) Technologic rules for reference materials of chemical composition [S].
- [27] KJ 201907 液体乳中三聚氰胺的快速检测 胶体金免疫层析法[S].  
KJ 201907 Rapid detection of melamine in liquid milk-Colloidal gold immunochromatography [S].
- [28] KJ 201908 液体乳中三聚氰胺的快速检测 拉曼光谱法[S].  
KJ 201908 Rapid detection of melamine in liquid milk-Raman spectroscopy [S].
- [29] 蔡新发, 张帆, 张家赫, 等. 氟喹诺酮类药物免疫分析方法研究进展[J]. *现代农业科技*, 2018, (9): 266–267, 272.  
Cai XF, Zhang F, Zhang JH, *et al.* Research progress on immunoassay for determination of fluoroquinolones [J]. *Mod Agric Technol*, 2018, (9): 266–267, 272.
- [30] Guo SQ, Zhang W, He LS, *et al.* Rapid evaluation of artesunate quality with a specific monoclonal antibody-based lateral flow dipstick [J]. *Anal Bioanal Chem*, 2016, 408(22): 6003–6008.

(责任编辑: 王 欣)

## 作者简介



张 威, 工程师, 主要研究方向为食品质量与安全。  
E-mail: 634922166@qq.com



匡佩琳, 主任药师, 主要研究方向为食品安全检验。  
E-mail: 1228613920@qq.com