

热辐气动干燥法快速测定牛奶中总固体和水分

赵 敏, 周 聪*

(中国热带农业科学院分析测试中心, 海南省热带果蔬产品质量安全重点实验室, 海南 海口 571101)

摘 要: 利用圆盘自动进样热辐箱式胶乳样品干燥仪研究快速测定牛奶中总固体和水分含量的方法。分别对加热温度、加热时间及温度平衡时间进行实验, 以烘箱法(标准法)为对照, 不断优化实验条件, 并测定了多份牛奶样品中总固体和水分的含量。结果表明: 用本方法和烘箱法测定相同样品中总固体和水分含量的准确度和精确度结果一致, 而烘箱法需耗时约3.5 h, 本方法只需2.0 min完成, 大大提高了分析效率。

关键词: 热辐气动干燥; 牛奶; 总固体; 水分

Rapid Determination of Total Solids and Water in Milk by Hot Radiation Pneumatic Drying Method

ZHAO Min, ZHOU Cong*

(Hainan Provincial Key Laboratory of Quality and Safety for Tropical Fruits and Vegetables, Analysis and Testing Center, Chinese Academy of Tropical Agricultural Sciences, Haikou 571101, China)

Abstract: A latex sample drying apparatus with a hot radiation box for automatically injecting samples by discs is applied for the rapid determination of total solids and water content in milk. Important experimental conditions, such as temperature, heating time and temperature equilibration method, were optimized using an oven drying method (a standard method) as control for the determination of total solids and water contents in various milk samples. The results showed that the same accuracy and precision were achieved for the determination of total solids and water contents in one sample by the proposed method and oven drying method. The drying time required for oven drying method was 3.5 hours, compared to only 2.0 minutes for our method as a more efficient method. Therefore, a novel, simple, rapid, stable and reliable method to determine total solids and water contents in fresh milk has been established.

Key words: hot radiation pneumatic drying apparatus; milk; total solids; water contents

中图分类号: TS252.7

文献标志码: A

文章编号: 1002-6630(2015)02-0142-03

doi:10.7506/spkx1002-6630-201502027

牛奶营养丰富, 富含脂肪、蛋白质、乳糖、多种维生素和矿物质等, 与人们生活息息相关。就牛奶的质量分析而言, 牛奶由水分和总固体组成, 总固体包括脂肪和非脂乳固体两部分, 两者均为生乳食品安全国家标准的重要质量指标^[1], 而非脂乳固体是由总固体含量值减去脂肪含量值而得, 因此总固体含量是牛奶质量评价的重要检测项目。

有关牛奶中总固体和水分含量的测定方法有烘箱法^[2-3]、微波法^[4]、水分测定仪法^[5]、红外光谱^[6-9]、牛奶成分分析仪法^[10]、激光法^[11]、声学法^[12]、光度法^[13]等, 其中烘箱法为国家标准法。

随着生活水平的提高, 牛奶产品由于营养丰富全面而受到消费者青睐^[14], 走进千家万户, 然而, 在利益的驱动下, 牛奶产品质量安全不容乐观^[15-19], 鲜牛奶兑水掺

淀粉、豆浆、碳酸氢钠、食盐等^[20-23]现象时有发生。为确保收购奶源的质量, 国内通常用比重计检测牛奶的相对密度和总固体来检验是否掺水, 而比重法灵敏度和精确度较低, 难以满足市场对牛奶质量的评价要求。近红外光谱测量法, 设备昂贵, 不适合我国国情为解决简便、快速、准确测定鲜牛奶中总固体和水分含量的问题。牛奶样品中富含脂肪、蛋白质、乳糖等成分, 受热后凝聚黏结, 结构紧密, 水蒸气难以释放, 使国家标准烘箱法的干燥时间大大延长(需要数小时)。烘箱体积较大, 加上能耗高等因素, 制约了该法在生产上的实际应用效果。为简便、快速、准确测定鲜牛奶中总固体和水分含量, 本实验开展了热辐气动干燥法快速测定牛奶中总固体和水分含量的研究, 旨在为牛奶生产企业提供一种快速准确的测定新方法。

收稿日期: 2014-06-16

基金项目: 海南省自然科学基金项目(314096)

作者简介: 赵敏(1982—), 女, 研究实习员, 硕士, 研究方向为仪器分析和食品质量安全。E-mail: zmhb313@163.com

*通信作者: 周聪(1965—), 男, 研究员, 学士, 研究方向为仪器分析与农产品质量安全。E-mail: zhouc888@163.com

1 材料与方法

1.1 材料

多品牌牛奶 市购。

1.2 仪器与设备

AE200型电子天平 梅特勒-托利多仪器有限公司；圆盘自动进样热辐箱式胶乳样品干燥仪（专利号：ZL201220563310.0）、样品温度快速平衡仪（专利号：ZL200920150141.6）、高温烧杯夹取器（专利号：ZL201020165887.7）。

1.3 方法

1.3.1 仪器参数优化

圆盘自动进样热辐箱式胶乳样品干燥仪上设有自动程序控制面板，可设置加热温度、时间、加热速度和电机速度等实验参数，样品温度快速平衡仪可设置温度的平衡时间，不同实验参数条件下所得到的分析结果可能不同，因此开展仪器条件的优化。

1.3.1.1 加热温度

对同一牛奶样品分别称取7份，每份3次重复，各2.5000 g，设定干燥时间为60 s，分别测定200~260℃的温度区间条件下牛奶样品中总固体含量，探讨最佳加热温度。

1.3.1.2 加热时间

对同一牛奶样品分别称取7份，每份3次重复，各2.5000 g，在确定最佳加热温度的前提条件下，分别测定30~90 s的加热时间条件下牛奶样品中总固体含量，探讨最佳加热时间。

1.3.1.3 温度平衡时间

刚干燥后的小烧杯样品仍然保持着较高的温度，只有待小烧杯样品的温度恢复至常温状态，方可进行称量。传统的烧杯样品温度平衡方法是将小烧杯样品放入干燥器中自然平衡，但需要较长的时间（大于30 min），难于满足快速检测的需要。为解决小烧杯样品温度快速平衡的问题，本研究采用样品温度快速平衡仪的方法，为此进行样品温度平衡实验，探讨相关的实验条件。对同一牛奶样品分别称取7份，每份3次重复，各2.5000 g，在确定最佳加热温度和时间的条件下，分别测定10~60 s的温度平衡加热时间条件下牛奶样品中总固体含量，探讨最佳温度平衡加热时间。

1.3.2 与国标方法比较

在实验优选的最佳仪器参数（加热温度、加热时间和温度平衡时间）条件下，以国家标准方法^[2]为对照进行方法比对实验，对同一牛奶样品，设计本实验法和国家标准方法各12个重复测定，测试本实验方法的相关技术指标，并对测定结果进行显著性测验（*t*检验），以验证实验方法的可靠性。

1.3.3 样品测试

于超市随机购买6种不同品牌的牛奶产品，每种牛奶样品称取3份，在确定的最佳仪器参数条件下测试市售牛奶样品中总固体和水分，结果计算参照国家标准^[2]。

2 结果与分析

2.1 加热温度优选

在圆盘自动进样热辐箱式胶乳样品干燥仪的调节功能中，加热速度和电机速度是以仪器运转的平稳性为基准调节的，设定后可相对固定，对干燥效果影响较小。因此，本研究中先将2项指标调节固定，再分别实验不同的加热温度和加热时间条件。

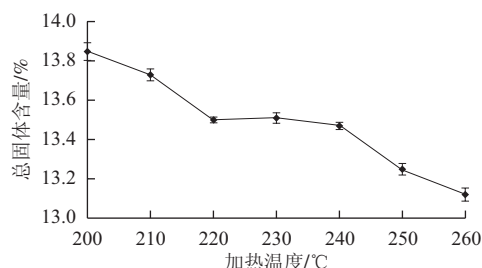


图1 不同加热温度对总固体测定结果的影响

Fig.1 Effects of temperature on determination results of total solid content

如图1所示，加热温度为220、230、240℃所测定总固体含量结果较为稳定，结果分别为：13.50%、13.51%和13.47%。超过240℃后，因碳化损失，总固体含量会逐渐降低。因此，结合能耗最低，最佳的加热温度设定为230℃。

2.2 加热时间的确定

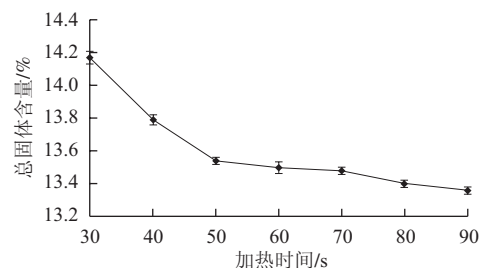


图2 不同加热时间对总固体测定结果的影响

Fig.2 Effects of heating on determination results of total solid content

如图2所示，加热时间为50~70 s后测定结果稳定，但随着时间的延长，70 s后有机物质被碳化，结果呈略降低的趋势。因此，最佳的加热时间设定为60 s。

2.3 温度平衡时间的确定

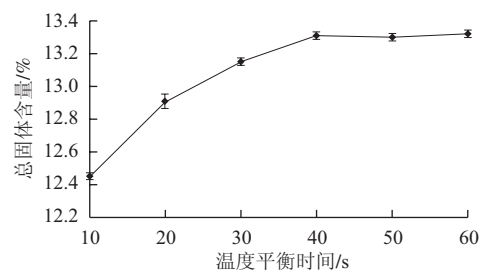


图3 温度平衡时间对总固体含量测定结果的影响

Fig.3 Effect of temperature equilibrium time on determination results of total solid content

如图3所示, 温度平衡时间不够时, 测定结果偏低, 温度平衡时间达到40 s后测定结果较为稳定。在温度平衡时间40、50、60 s时所测得总固体含量分别为: 13.31%、13.30%和13.32%。因此, 最佳的温度平衡时间为50 s。

2.4 方法比对

采用相同的牛奶样品, 称量2组, 每组各12个样, 分别进行本方法和国家标准烘箱法测定。烘箱法的平均值为13.23%, 相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)为0.22%; 本方法的平均值为13.24%, RSD为0.25%。结果表明: 2组数据平均值进行差异显著性检验(*t*检验), 检验结果: $t=0.812$ $4 < t_{0.05(11)} = 2.179$, *P*为0.95, 两者无显著性差异。因此, 本方法可作为测定牛奶总固体含量的方法之一。

2.5 样品的测试

本方法测定结果表明(表1): 所测得结果精密度较高, 总固体结果RSD小于0.4%, 水分含量结果的RSD小于0.05%, 测定结果稳定可靠。

表1 几种鲜奶样品中总固体和水分含量测定结果 ($n=3$)
Table 1 Total solid and water contents in fresh milk samples determined by the developed method ($n=3$)

编号	总固体		水分	
	含量均值/%	RSD/%	含量均值/%	RSD/%
1	13.04	0.16	86.96	0.024
2	12.82	0.28	87.18	0.041
3	13.50	0.15	86.50	0.024
4	13.23	0.17	86.77	0.027
5	12.48	0.33	87.52	0.048
6	13.30	0.16	86.70	0.024

3 结论与讨论

实验结果表明, 加热温度不足时所测总固体含量的结果偏高, 在220~240 °C温度范围内结果稳定, 之后随温度增加而降低。产生这一现象的原因是, 温度不足时样品未被完全干燥, 温度过高时, 部分样品被碳化, 有机物质挥发损失, 因此实验中必须严格控制加热温度。所述的加热温度是热辐射干燥仪上的仪器显示温度(理论值), 不是实际的干燥箱内的温度, 不同仪器在生产过程中, 其热电偶传感器的安装位置可能有所偏差, 所反映的仪器加热温度未必完全一致, 因此, 使用新开箱的干燥仪器做实验时需要做初步实验给予确认。

样品温度平衡是重量法分析的主要环节之一, 平衡的目的是使高温样品降低到常温状态, 以减少实验误差。通常情况下样品放置在干燥器内平衡, 其目的是为了减少部分样品吸潮影响测定结果, 但需要较长的平衡时间, 难于满足快速检测的需要。本研究采用温度平衡仪进行样品平衡实验, 其原理是借助离心力和散热片的作用, 使高温样品的热量迅速分散, 样品温度得以快速降温, 达到常温状态。经过实验, 在固定样品盘转速的条件下, 温度平衡时间达到40 s后测定结果较为稳定, 表

明牛奶样品在短时间的平衡温度条件下, 测定结果未受吸潮的影响。分析原因, 主要是牛奶样品中富含脂肪和蛋白质, 虽然牛奶中也含有大量的吸潮物质(糖), 但干燥后, 脂肪和蛋白质在高温的作用下, 在样品的表面凝聚形成结构致密且具有一定张力的保护膜, 避免了样品中吸潮物质与空气接触而吸潮的现象。

此外, 评价一个分析方法可靠性时, 通常采用标准物质测定、加标回收率实验和方法比对等。本研究采用与国家标准方法的比对实验, 结果表明, 2种方法的测定结果无显著性差异, 方法稳定可靠, 而且本方法能够在2 min内完成一个样品的分析测试。

通过实验分析, 优化得到最佳加热温度、加热时间及温度平衡时间的条件分别为230 °C、60 s和50 s。用本方法和烘箱法测定相同样品中总固体和水分含量的准确度和精确度结果一致, 而烘箱法需耗时约3.5 h, 本方法只需2.0 min完成, 大大提高了分析效率。实验各项技术指标均符合分析要求, 建立了一种简便、快速、稳定可靠的鲜牛奶总固体和水分含量测定的新方法。

参考文献:

- [1] 卫生部. GB 19301—2010 生乳[S]. 北京: 中国标准出版社, 2010.
- [2] 卫生部. GB 5413.39—2010 乳和乳制品中非脂乳固体的测定[S]. 北京: 中国标准出版社, 2010.
- [3] 卫生部. GB 5009.3—2010 食品中水分的测定[S]. 北京: 中国标准出版社, 2010.
- [4] 李倩, 董有尔. 用微波法测量牛奶含水量研究[J]. 实验技术与管理, 2010, 27(6): 45-46.
- [5] 郭亚东, 沈圆, 木妮热, 等. MB45型卤素水分测定仪快速测定牛奶、酸奶中全乳固体[J]. 中国卫生工程学, 2008, 7(4): 234-235.
- [6] 李晓云, 王加华, 黄亚伟, 等. 便携式近红外仪检测牛奶中脂肪、蛋白质及干物质含量[J]. 光谱学与光谱分析, 2011, 31(3): 665-668.
- [7] 王丽杰, 徐可欣, 郭建英. 采用近红外光谱技术检测牛奶中脂肪、蛋白质及乳糖含量[J]. 光电子激光, 2004, 15(4): 468-471.
- [8] 赵明富, 施玉佳, 罗彬彬, 等. 基于近红外透射光谱的牛奶中脂肪和蛋白质含量检测[J]. 激光杂志, 2014, 35(1): 44-45; 50.
- [9] 王云, 徐可欣, 常敏. 近红外光谱技术检测牛奶中脂肪及蛋白质含量校正模型的建立[J]. 光学仪器, 2006, 28(3): 3-7.
- [10] 苏丽娟, 岳会斌, 李辉辉, 等. 常见乳饮品的脂肪、蛋白质、固形物及酸度分析[J]. 江西农业学报, 2009, 21(3): 144-146.
- [11] 周真, 吴娟, 李中刚, 等. 基于激光散透比的牛奶成分检测的研究[J]. 仪器仪表学报, 2006, 27(2): 1185-1186.
- [12] 章燕, 夏全, 李建国, 等. 声学方法在检测牛奶的含脂量及掺水率中的应用[J]. 职业与健康, 2005, 21(4): 528-529.
- [13] 张兴磊, 花榕, 养秋丽, 等. 手持式消光光度计用于牛奶综合品质的现场快速检测[J]. 分析化学, 2009, 37(增刊1): 151.
- [14] 汤伟, 王明伟, 董文宾, 等. 牛奶主要营养成分的数学模型[J]. 陕西科技大学学报: 自然科学版, 2005, 23(2): 50-56.
- [15] 邹飞. 纯牛奶食品安全现状与对策研究[J]. 科技致富向导, 2014(6): 277.
- [16] 侯丽. 对当前牛奶安全存在问题的思考及建议[J]. 内蒙古农业科技, 2010(6): 108-109.
- [17] 朱月季. 基于博弈视角的牛奶质量安全监管分析[J]. 湖北农业科学, 2012, 51(5): 1068-1072.
- [18] 余萍, 范志红, 龙菲平. 营养和安全因素对消费者牛奶产品购买意向的影响[J]. 中国乳品工业, 2013, 41(7): 40-43.
- [19] 官丽辉, 李亚奎, 穆秀明, 等. 影响牛奶成分的营养技术研究进展[J]. 中国畜牧兽医, 2007, 34(4): 41-43.
- [20] 吕炳臣, 李成元. 牛奶中掺假物的鉴别[J]. 中国动物检疫, 2002, 19(11): 33-34.
- [21] 赵光华, 胡京枝, 金明奎, 等. 乳品中常见掺假手段及其鉴别团[J]. 质量监督与检验, 2007(4): 30-31.
- [22] 郭美兰, 孙正鹏, 张超, 等. 近红外透射光谱用于掺假牛奶的快速识别初探[J]. 化学世界, 2010(5): 270-273.
- [23] 陈佰树, 王畅, 张平, 等. 基于力敏传感器的牛奶掺水量的检测研究[J]. 高师理科学刊, 2013, 33(1): 34-37.