近红外光谱技术检测巴氏杀菌乳中糠氨酸含量的研究与应用

刘 杰，彭 翔，李 梅，刘 超，李利芬*

蒙牛乳制品（天津）有限责任公司，天津 301739

摘 要：[目的] 探索近红外光谱技术在巴氏杀菌乳中糠氨酸含量检测的应用。[方法] 运用高效液相色谱法（HPLC）与近红外光谱技术联合建模，使用新建模型对巴氏杀菌乳中糠氨酸含量检测进行适用性验证研究。[结果]近红外光谱技术检测用时从27 h缩短至1 min，检测用时缩短26 h 59 min。定标模型相关系数R^2为0.96，线性分布优良。[结论]依据相关法规及企业标准，近红外光谱技术与HPLC对糠氨酸含量检测结果具有良好一致性。近红外光谱技术联合建模检测具有检测速度快、操作简便、结果准确的优势。从标准需求、数据准确性、稳定性、时间效率和成本等方面进行评估，本研究结果显示近红外光谱法具有一定的准确性和稳定性，且操作便捷、快速、成本低，可作为巴氏杀菌乳中糠氨酸含量检测的快速有效方法加以推广使用。

关键词：近红外光谱技术；巴氏杀菌乳；糠氨酸

文章编号：1671–4393（2025）09–0118–06 DOI:10.12377/1671–4393.25.09.17

中国乳业线上阅读

0 引言

乳制品中的糠氨酸是乳中蛋白质在高温条件下与乳糖发生美拉德反应所生成的一系列产物之一[1]。随着热杀菌强度的增加，牛奶中的营养物质发生显著变化，其外在表现为色泽、香气和口感的改变，内在实质是美拉德反应加剧，而糠氨酸是该反应的一个重要标志性产物。不同加工工艺所对应的热处理强度各异，过热处理会导致糠氨酸含量异常升高。由于过量摄入糠氨酸对人体健康有害，自1992年起，欧盟各国政府已将糠氨酸含量作为评价液态乳产品质量的关键指标之一[2，3]。目前，基于高效液相色谱法（HPLC）的糠氨酸检测方法操作步骤较为繁琐，单个样品检测时间长达27 h，难以满足乳制品生产线上实

作者简介：刘 杰（1985–），女，天津人，本科，工程师，研究方向为食品安全分析、乳品检验分析、乳品质量控制；
彭 翔（1984–），女，四川宜宾人，本科，工程师，研究方向为乳品检验分析、乳品质量控制；
李 梅（1988–），女，吉林洮南人，本科，工程师，研究方向为乳品检验分析、乳品质量控制；
刘 超（1985–），女，天津人，本科，工程师，研究方向为乳品检验分析、乳品质量控制。
*通信作者：李利芬（1989–），女，天津人，蒙古族，本科，工程师，研究方向为乳品检验分析、乳品质量控制。

时、批量检测的实际需求。

近红外光谱技术与常规分析技术不同，是一种间接分析技术，通过建立校正模型实现对未知样品的定性或定量分析。具体的分析过程包括：（1）选择有代表性样品，测量其近红外光谱；（2）采用标准或认可的参考方法测定组分或性质数据；（3）将测量的光谱、基础数据用适当的化学计量方法建立校正模型；（4）测定未知样品组分或性质。由近红外光谱技术的工作过程可见，现代近红外光谱技术包括近红外光谱仪、化学计量学软件和应用模型三部分。三者有机结合才能满足快速分析的技术要求，缺一不可。

近红外光谱是一种分子吸收光谱，应用范围极广。近年来，近红外光谱技术广泛应用于乳制品快速检测[4]。本研究旨在开发一种快速、准确、经济实用的近红外光谱技术，用于快速检测巴氏杀菌乳中糠氨酸含量，以满足生产线实时批量检测需求、有效指导生鲜乳的巴氏杀菌过程，为消费者合理消费和健康饮食提供参考。近红外光谱是介于可见光、中红外光之间的电磁波谱，波长范围为780～2 526 nm[5]。其属于分子振动光谱，是有机分子振动的倍频和组合频，源于X-H键（X为C、O、N、S）的吸收。不同含氢基团产生光谱的吸收峰强度、位置不同，根据朗伯-比尔定律，如果样品成分含量变化，其近红外光谱特征会随之变化[4]。利用近红外光谱扫描乳制品时，对样品采用的是非破坏性检测。该方法检测快速、准确，仅需1 min即可出具被测样品中糠氨酸含量，相比传统HPLC检测用时缩短26 h 59 min。

1 试验样品和设备

1.1 材料

定标模型样品（50 批次巴氏杀菌乳，2024年4月生产，储存于4℃），蒙牛乳制品（天津）有限责任公司。

1.2 仪器和设备

高效液相色谱仪（Ultimate3000，配紫外检测器），美国ThermoFisher公司；近红外乳成分分析仪（2600XT-R），美国Unity Scientific公司；分析天平（ME2002E/02，感量为1 mg和10 mg），梅特勒-托利多仪器（上海）有限公司；漩涡混合振荡器（TS-100B），常州申光仪器有限公司；定氮仪（KD-310），瑞典OPSIS公司；超声波清洗机（JP-C900），广州市吉普超声波电子设备有限公司；电热鼓风干燥箱（WGL-230B），天津市泰斯特仪器有限公司。

0.22 μm水相滤膜针头过滤器，1 mL注射器，0.22 μm水相滤膜，具塞耐热试管。

2 试验方法

2.1 糠氨酸含量检测

依据样品所属公司内部《巴氏杀菌乳通用安全标准》规定糠氨酸含量不得大于12 mg/100 g蛋白质，选取50 批次不同品种糠氨酸含量在5～20 mg/100 g蛋白质的巴氏杀菌乳，依据《NY/T 939—2016 巴氏杀菌和UHT灭菌乳中复原乳的鉴定》中HPLC测定糠氨酸含量[6～8]，分析检测结果。

2.2 建立巴氏杀菌乳中糠氨酸含量近红外光谱检测模型

2.2.1 定标模型原理

选择巴氏杀菌乳样品，采用HPLC检测糠氨酸含量，并用近红外光谱扫描获得光谱图，通过光谱建模软件建立检测数学模型[5, 6]。通过建标模型扫描检测样品中糠氨酸含量。

2.2.2 定标模型样品选取

根据巴氏杀菌乳脱脂、全脂和蛋白含量等参数搜集样品。每个样品的光谱信息包含真实光谱的确定与不确定信息，其中确定信息决定建标模型的可靠程度；不确定信息决定标模型允许样品光谱参数变动的范围[9]。将样品倒入样品杯，通过近红外扫描得到近红外光谱数据，每个样品重复2～3 次。

中国乳业线上阅读

2.3 建立线性回归曲线和定标模型

在近红外光谱原始数据中筛选巴氏杀菌乳的特征波段光谱数据，用PLS[10, 11]算法将光谱数据（780～2 526 nm）与HPLC测定值进行关联，交叉验证确定最佳主成分数，剔除马氏距离＞3的异常光谱数据。分析定标模型样品的特征波段光谱数据及其对应糠氨酸含量的参比数据，拟合得到线性回归曲线（图1），建立近红外光谱检测模型。

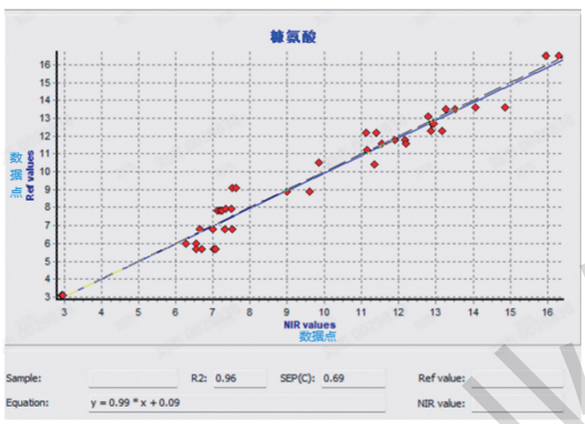


图 1 糠氨酸含量线性回归曲线

分析近红外定标模型检测糠氨酸含量结果显示，梯度数据良好，糠氨酸含量范围为0～20 mg/100 g蛋白质，数据分布相对均匀，定标模型的曲线函数为y=0.99x+0.09，相关系数R^2为0.96相对良好，表明近红外定标模型检测糠氨酸含量与近红外光谱数据的相关性良好，定标模型的预测线性良好。

3 巴氏杀菌乳中糠氨酸含量检测模型适用性验证研究

3.1 定标模型准确性对比研究

对比HPLC与近红外定标模型的准确性，选取35 组巴氏杀菌乳样品，分别使用NY/T 939—2016中HPLC与近红外定标模型对每组样品进行糠氨酸含量检测。两种方法的检测结果以液相法为基准相，对偏差绝对值进行准确性分析，依据NY/T 939—2016中规定HPLC的相对偏差绝对值≤10%的要求判定（表1）。

研究分析准确性对比数据显示，以近红外定标模型检测巴氏杀菌乳糠氨酸含量均小于20 mg/100 g蛋白质的定标建模数据范围，以HPLC法为基准的相对偏差绝对值为0.53%～5.59%，相对偏差良好，均符合NY/T 939—2016要求，表明采用近红外乳成分分析仪定标模型检测巴氏杀菌乳中糠氨酸含量与HPLC偏差良好，符合判定标准，该模型可快速、简便检测巴氏杀菌乳中糠氨酸含量。

3.2 近红外扫描重复性研究

选取35 组巴氏杀菌乳样品，使用近红外乳成分分析仪进行重复性扫描，重复性偏差依据NY/T 939—2016中规定HPLC的精密度进行判定，即在重复条件下获得2 次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的10%。近红外乳成分分析仪重复性检测结果见表2。

表 1 HPLC 与近红外定标模型检测结果及准确性对比

样品编号	样品数量	HPLC 检测结果（mg/100 g 蛋白质）	近红外定标模型检测结果（mg/100 g 蛋白质）	以 HPLC 为基准相对偏差绝对值（%）
I	5	10.02	9.46	5.59
II	5	10.08	9.97	1.09
III	5	9.86	9.61	2.54
IV	5	9.76	9.62	1.43
V	5	10.10	9.74	3.56
VI	5	9.44	9.51	0.74
VII	5	9.44	9.49	0.53

中国乳业线上阅读

表 2 近红外乳成分分析仪重复性检测结果

样品编号	测定数量	平均检测结果 1（mg/100 g 蛋白质）	平均检测结果 2（mg/100 g 蛋白质）	重复性精密度均值（%）
I	5	9.59	9.67	0.83
II	5	9.71	9.87	1.63
III	5	9.70	9.71	0.10
IV	5	9.15	9.21	0.65
V	5	10.14	9.59	5.58
VI	5	10.43	9.77	6.53
VII	5	9.69	9.33	3.79

研究分析重复性检测结果显示，2 次独立测定结果的重复性条件下精密度均值为0.10%～6.53%，精密度结果良好，均符合NY/T 939—2016要求，表明采用近红外乳成分分析仪定标模型在对同一样品重复检测时，检测结果较稳定，符合预期设定≤10%的判定标准。

3.3 近红外扫描重现性研究

选取24 组具有代表性的巴氏杀菌乳样品，用近红外乳成分分析仪重现性扫描，重现性偏差依据NY/T 939—2016中规定HPLC的精密度进行判定，即在重现性条件下获得2 次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的20%。近红外乳成分分析仪重现性条件检测结果见表3。

研究分析重现性结果显示，在重现条件下检测2 次结果的精密度均值为0.00%～6.01%，精密度结果良好，均符合NY/T 939—2016要求。说明采用近红外乳成分分析仪定标模型在对同一样品重现条件检测时，检测结果较稳定，符合预期设定≤20%的标准。

综上所述，近红外乳成分分析仪检测巴氏杀菌乳准确性、重复性、重现性良好，符合判定标准。

4 近红外扫描快速性、经济性对比分析

在评估巴氏杀菌乳中糠氨酸含量检测时效性方面，近红外乳成分分析仪扫描样品后，仅需1 min即可检测糠氨酸含量[12]。NY/T 939—2016中HPLC水解液制备时间长达12～23 h，还需对试样进行水解蛋白消化、蒸馏、滴定等复杂步骤（耗时4 h）。采用近红外乳成分分析仪定标模型，可实现对巴氏杀菌乳中糠氨酸含量的快速测定，检测用时可从27 h缩短至1 min。该模型使巴氏杀菌乳产品的批量快速检测成为可能。近红外乳成分分析仪快速检测能满足对生产线中实时检测的需求，有助于及时发现问题产品，保障质量。

表 3 近红外乳成分分析仪重现条件检测结果

样品编号	测定数量	平均检测结果（mg/100 g 蛋白质）	重现条件平均检测结果（mg/100 g 蛋白质）	重现性精密度均值（%）
I	3	12.17	11.46	6.01
II	3	10.38	10.38	0.00
III	3	10.59	10.51	0.76
IV	3	11.23	11.08	1.34
V	3	10.99	10.99	0.00
VI	3	11.09	10.71	3.49
VII	3	11.15	11.21	0.54
VIII	3	11.36	11.33	0.26

中国乳业线上阅读

从检测试验的成本角度分析，与NY/T 939—2016中HPLC需用色谱柱及试样前处理中相关检测药品不同，近红外乳成分分析法检测过程无需任何前处理化学药品，节省成本，仅1 min即可快速扫描测得样品中糠氨酸含量，在快速性和经济性方面有显著优势。此外，其检测结果几乎不受人为因素干扰，表现出高度稳定性。

5 小结

本研究重点关注近红外光谱技术在检测巴氏杀菌中乳糠氨酸含量的应用。该技术具有显著优势：

（1）检测时间显著缩短，效率提高。检测时间从27 h缩短至1 min，可满足生产线实时批量检测的需求，以及时反馈问题，确保产品质量，并根据检测结果及时调整巴氏杀菌参数设置，确保过程中产生糠氨酸含量符合标准要求。（2）模型准确性良好，符合行业标准。可精准确定糠氨酸含量，为消费者提供可靠产品信息。（3）方法经济实用，无需昂贵试剂和设备，降低约90%检测成本。

本模型受产品品种、收集建模样品含量值的影响，有一定局限性。目前仅适用糠氨酸含量小于20 mg/100 g蛋白质的样品检测。检测糠氨酸含量更高的样品（如UHT灭菌乳）时需收集样品定标建模后验证适用性。

参考文献

[1] 王加启，卜登攀，于建国，等.生乳与巴氏杀菌乳中糠氨酸含量及其测定方法研究[J].中国畜牧兽医，2005，32（11）：25–27.
[2] 许国庆，赵慧芬，李克杰，等.乳与乳制品中糠氨酸含量的测定方法[J].中国奶牛，2006（7）：44–46.
[3] 邓西香，王满生.糠氨酸含量检测分析中影响因素的研究[J].食品与营养科学，2022，11（4）：298–303.
[4] 彭彬倩，沈福苗.近红外光谱技术在食品检测中的应用研究进展[J].食品安全导刊，2025（5）：181–189.
[5] 郭军伟，赵乐，王洪波.烟草近红外数据库构建、管理与应用[M].北京：中国轻工业出版社，2024.
[6] 中华人民共和国农业部.NY/T 939—2016 巴氏杀菌乳和UHT灭菌乳中复原乳的检鉴定[S].
[7] 张宁.液态乳生产工艺对糠氨酸含量的影响的初步研究[J].山东食品发酵，2008（3）：19–21.
[8] 王峰恩，张养东，郑楠，等.奶及奶制品中糠氨酸检测方法的研究进展[J].食品安全质量检测学报，2021，12（6）：2304–2312.
[9] 仇逊超.机器视觉和近红外光谱对红松籽品质检测方法的研究[D].哈尔滨：东北林业大学，2017.
[10] 杨敏，任广利.近红外光谱技术在地质矿产调查中的应用[M].北京：冶金工业出版社，2022.
[11] 刘金明，石建飞.基于近红外光谱的厌氧发酵关键信息快速检测方法研究[M].哈尔滨：哈尔滨工程大学出版社，2021.
[12] 方立德.基于近红外光谱分析的气液两相流相含率检测技术研究[M].北京：冶金工业出版社，2021.

Research and Application on the Detection of Furosine Content in Pasteurized Milk by Near-infrared Spectroscopy Technology

LIU Jie，PENG Xiang，LI Mei，LIU Chao，LI Lifen*
Mengniu Dairy Products（Tianjin）Co.，Ltd.，Tianjin 301739

Abstract：[Objective] To explore the application of near-infrared spectroscopy technology in the detection of

下转128页

中国乳业编辑部

method was shortened from 5 hours to 10 minutes，the single detection cost was reduced by 80%，and the consistency of the detection results of zero-sucrose samples（n=50）with HPLC reached 96%.This method is simple to operate and can complete the detection in just 10 minutes，making it suitable for real-time monitoring on production lines，providing a high-efficiency and low-cost sucrose detection solution for dairy enterprises.It can be promoted and used as an effective method for zero-sucrose detection in fermented milk.[Conclusion] This method is simple and rapid to operate, suitable for real-time monitoring of production lines. It can provide dairy enterprises with an efficient and low-cost sucrose detection solution and can be promoted as an effective method for detecting zero-sucrose fermented milk.

Keywords：sucrose；chemical rapid qualitative detection method；high performance liquid chromatography（HPLC）；rapid detection；fermented milk

▲上接122页

furosine content in pasteurized milk.[Method]The model was jointly established by high-performance liquid chromatography（HPLC）and near-infrared spectroscopy technology. Applicability validation study on the detection of furosine content in pasteurized milk using a newly created model.[Result] The detection time of near-infrared spectroscopy technology was shortened from 27 hours to 1 minute，reducing the detection time by 26 hours and 59 minutes.The correlation coefficient R^2 of the calibration model was 0.96，and the linear distribution was excellent.[Conclusion]According to relevant regulations and enterprise standards，the determination results of furosine content by near-infrared spectroscopy and HPLC show good consistency. The combined modeling detection of near-infrared spectroscopy technology has the advantages of fast detection speed，simple operation and accurate results.Evaluated from aspects such as standard requirements，data accuracy，stability，time efficiency and cost，the results of this study showed that near-infrared spectroscopy had certain accuracy and stability，and was convenient，fast and low-cost to operate. It can be popularized as a fast and effective method for the detection of furosine content in pasteurized milk.

Keywords：Near-infrared spectroscopy technology；pasteurized milk；furosine

中国乳业线上阅读