



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本

(11)證書號數：TW I412494 B

(45)公告日：中華民國 102 (2013) 年 10 月 21 日

(21)申請案號：098146433

(22)申請日：中華民國 98 (2009) 年 12 月 31 日

(51)Int. Cl. : C01G3/08 (2006.01)

C01G51/00 (2006.01)

G01N21/78 (2006.01)

G01N21/33 (2006.01)

(71)申請人：財團法人工業技術研究院(中華民國) INDUSTRIAL TECHNOLOGY RESEARCH INSTITUTE (TW)

新竹縣竹東鎮中興路 4 段 195 號

(72)發明人：郭峻男 KUO, CHUN NAN (TW)；李壽南 LI, SHOU NAN (TW)；顏紹儀 YAN, SHAO I (TW)

(74)代理人：許世正

(56)參考文獻：

CN 101509910A

CN 101518825A

審查人員：李明達

申請專利範圍項數：15 項 圖式數：15 共 0 頁

(54)名稱

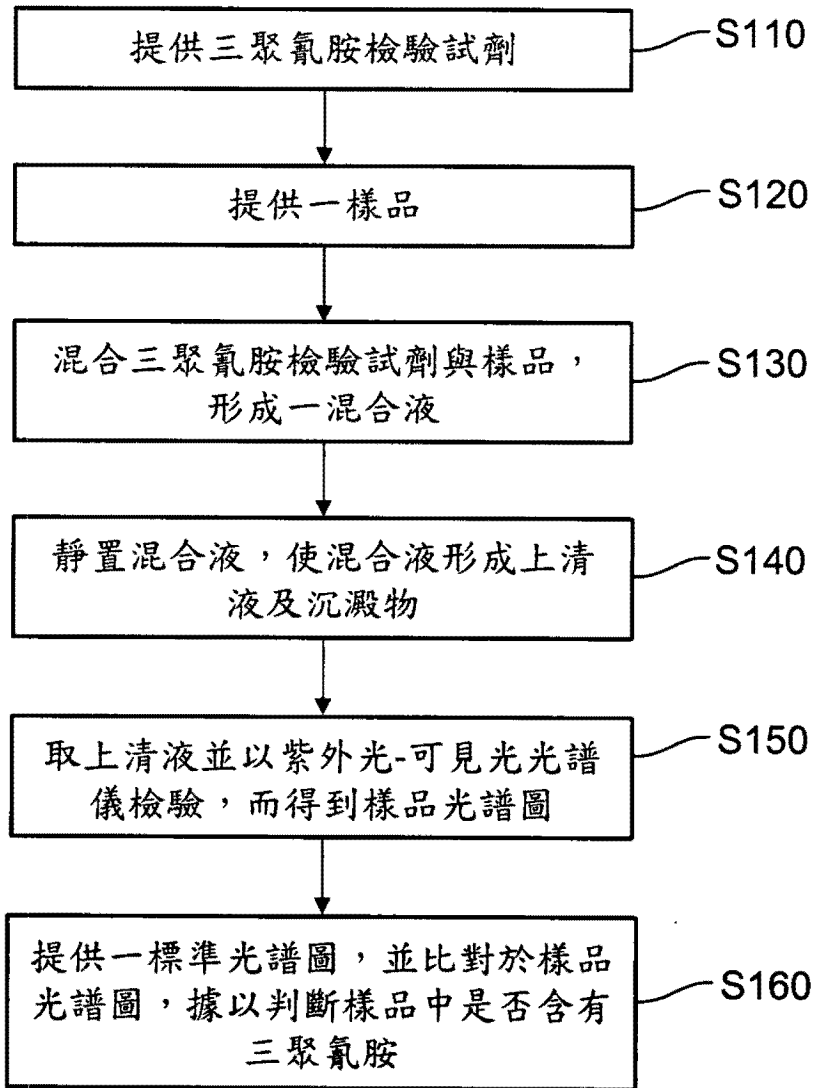
三聚氰胺檢驗試劑及其檢驗方法

DETECTION KIT OF MELAMINE AND DETECTION METHOD THEREOF

(57)摘要

一種三聚氰胺檢驗試劑，包含有一有機溶劑及一溶解於此有機溶劑之過渡金屬錯合物。當此三聚氰胺檢驗試劑應用於樣品中三聚氰胺之檢驗時，是將三聚氰胺檢驗試劑與樣品混合，然後靜置一段時間，使形成一上清液及沉澱物。接著收集上清液並以目視方法判斷及紫外光-可見光光譜儀進行分析；之後，比對分析結果並判斷此樣品中是否含有三聚氰胺。由於所使用之檢驗方法僅需將樣品與三聚氰胺檢驗試劑混合後，即能進行後續的目視判斷及儀器分析步驟，因此可大幅簡化樣品的前處理程序並提升分析效率。

A detection kit of melamine comprises an organic solvent and a transition metal complex which is dissolved in the organic solvent. When the detection kit of melamine is applied to detect a melamine of a sample, a detection method comprising: first, mixing the detection kit of melamine with the sample and standing for forming a supernatant and a precipitate. Next, collecting the supernatant, and observing a color of the supernatant by visual method and analyzing the supernatant by a UV-VIS spectrophotometer. Finally, comparing an analysis result and confirming the sample is contaminated with the melamine or not.



第1圖

六、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係有關於一種檢驗試劑及其檢驗方法，特別是一種可快速檢測三聚氰胺之檢驗試劑及其檢驗方法。

【先前技術】

三聚氰胺(melamine)是一種有機化工的中間產物，其主要用途是和甲醛產生聚合反應，形成兼具有硬度高、耐熱及耐腐蝕等特性的三聚氰胺甲醛樹脂(又稱美耐皿樹脂或聚尿樹脂)，而被廣泛的應用於木材、塑膠、塗料、皮革、電器等產業中。

然而，由於三聚氰胺同時具有白色單斜晶體的外形以及幾乎無味、形似蛋白粉的特性，並且相對於蛋白質而言具有更高比例的氮原子(三聚氰胺的含氮量為 66%，而蛋白質的平均含氮量則僅有 16%)。因此在近年來，被不法商人使用於食品添加劑的用途上，以製造出食品中蛋白質含量較高的假像。其原因在於，在食品工業中通常是藉由凱氏定氮法(Kjeldahl method)或杜馬斯法(Dumas test)來進行蛋白質含量的檢測。這兩種方法並非直接對食品中的蛋白質含量進行檢測，而是以食品中的總氮含量來反推蛋白質的含量。

因此，當食品中含有三聚氰胺時，將能大幅提升食品中的總氮量，進而造成高蛋白質含量的假像。最終導致如 2007 年美國寵物食品污染事件和 2008 年中國毒奶粉事件等嚴重的食品安全事故的發生。當人體在長期攝取三聚氰胺後，可能造成生殖能力損害、

膀胱或腎結石、膀胱癌等疾病。

自從上述食品安全事故爆發後，目前在食品安全的檢驗上，會進一步的對食品中三聚氰胺的含量進行檢驗，以確保食用上的安全性。目前在食品工業中用於檢驗三聚氰胺的方法，大致上分為：高效能液態層析-紫外光法(HPLC-UV)、氣相層析質譜儀法(GC/MS)以及液相層析串連質譜儀法(LC/MS/MS)等檢驗方法。這些檢驗方法的共通點在於，所有待測定樣品在分析前均需經過前處理程序，如萃取、震盪、離心、過濾及層析等一連串嚴謹費時的萃取與純化程序後，接著再以紫外光光譜儀或質譜儀進行定性/定量分析。其中，前處理程序通常需花費 1 至 2 小時的操作時間，而之後儀器分析的時間則大約僅需 10 分鐘左右就能得到分析結果。

因此，無論是高效能液態層析-紫外光法、氣相層析質譜儀法以及液相層析串連質譜儀法，皆需經過相當複雜的操作程序才能獲得待測定樣品的分析結果，因此存在有分析時間過長以及分析成本過高的缺點。並且，在這些檢驗方法中，若前處理程序沒做好，則容易造成待測定樣品中的雜質太多，而影響後序的處理速度以及降低分析結果的精確度。此外，在這些方法中所使用的儀器設備，由於其價格昂貴而僅存在於某些特定的研究單位(或實驗室)。因此，對於食品中三聚氰胺含量的檢驗分析，只能透過這些特定的研究單位進行分析，進而增加這些研究單位的工作負荷量。此不僅會影響分析結果的準確度，並大幅的降低檢驗效率。

綜上所述，由於目前在食品工業中，應用於三聚氰胺的檢驗方法存在有分析程序過於繁雜、分析儀器/設備取得不易以及分析效率無法提升的問題。因此，對於食品工業而言，如何能快速且有效的檢驗食品中是否含有三聚氰胺，仍是目前業界亟待解決的問題之一。

【發明內容】

鑒於以上的問題，本發明提供一種三聚氰胺檢驗試劑及其檢驗方法，藉以改良習知對於三聚氰胺的檢驗方法，需經過如萃取、震盪、離心、過濾及層析等嚴謹費時的萃取與純化程序後，才能以分析儀器對樣品進行檢驗，而造成分析時間過長及分析效率不佳的問題。並同時改良習知檢驗方法中，所使用之分析儀器的取得困難，導致檢驗作業必需於特定的研究單位進行，所造成分析率大幅降低的問題。

本發明揭露一種三聚氰胺檢驗試劑，其包含有一有機溶劑以及一過渡金屬錯合物。過渡金屬錯合物係溶解於有機溶劑中，且過渡金屬錯合物具有一帶正電的金屬中心原子。過渡金屬錯合物係藉由此帶正電的金屬中心原子與三聚氰胺的胺基相結合，而形成一過渡金屬化合物。

本發明另揭露一種三聚氰胺之檢驗方法，包含有下列步驟：提供一三聚氰胺檢驗試劑及一樣品。其中，三聚氰胺檢驗試劑包含一有機溶劑及一溶解於此有機溶劑的過渡金屬錯合物。接著，將三聚氰胺檢驗試劑及樣品進行混合，使形成混合液。然後靜置

混合液，使形成上清液及沉澱物。之後，取其上清液並以紫外光-可見光光譜儀進行測定，以獲得樣品光譜圖。接著提供一標準光譜圖進行比對，藉以判斷樣品中是否含有三聚氰胺；若是，則樣品光譜圖中具有一三聚氰胺吸收峰。

本發明所揭露之三聚氰胺檢驗試劑，係由有機溶劑及過渡金屬錯合物所組成。當應用於三聚氰胺的檢驗時，可藉由過渡金屬錯合物所帶有的帶正電金屬中心原子與三聚氰胺的胺基結合，之後再經由三聚氰胺檢驗試劑的顏色變換，或經由紫外光-可見光光譜儀的檢測，而得到樣品中含有三聚氰胺的檢驗結果。由於在檢驗的過程中，待測定樣品不需經過繁雜的前處理程序，並且不需使用昂貴的檢驗儀器，如高效液相層儀及質譜儀等，因此除了可有效的簡化檢驗流程及增加檢驗效率外，並同時能大幅節省檢驗分析的操作成本。

以上之關於本發明內容之說明及以下之實施方式之說明係用以示範與解釋本發明之原理，並且提供本發明之專利申請範圍更進一步之解釋。

【實施方式】

本發明之一實施例所揭露之三聚氰胺檢驗試劑，包括一有機溶劑及一過渡金屬錯合物。其中，有機溶劑係選自丙酮、乙醇、異丙醇等極性有機溶劑，過渡金屬錯合物可為但不限定於硝酸銅 (Copper(II) nitrate hydrate, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$) 及硝酸鈷 (Cobalt(II) nitrate hydrate, $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$) 等，並具有一帶正電之金屬中心原

混合完畢後，將混合液於室溫下靜置 1~5 分鐘，使樣品中與有機溶劑不相容的物質沉澱，而使混合液形成一上清液(supernatant)及一沉澱物(S140)。

之後，吸取上清液並填充於一石英比色管(cuvette)中，然後將此石英比色管置入於紫外光-可見光光譜儀(UV-VIS spectrophotometer)中進行測定，以獲得一樣品光譜圖(S150)。同時，將此樣品光譜圖與一標準光譜圖進行比對，以判斷樣品中是否含有三聚氰胺(S160)。

因此，本發明所揭露之三聚氰胺之檢驗方法，在檢驗前不需對樣品進行如萃取及純化等前處理程序，只需將樣品與本發明所揭露之三聚氰胺檢驗試劑混合後，即能以紫外光-可見光光譜儀進行檢驗，或者是透過混合後的顏色變換來判斷樣品中是否含有三聚氰胺。因此，有效簡化樣品的檢驗流程以及大幅縮短樣品的檢驗時間。同時，由於不需使用高效能液態層析儀、氣相層析質譜儀或液相層析串連質譜儀等昂貴儀器，因此使本發明所揭露之檢驗方法可普遍、廣泛的應用於一般檢驗環境中，並大幅提升檢驗效率及降低檢驗成本。

以下結合如下列實施例對本發明進行更為詳細的說明，但本發明的保護範圍並不限於下述實施例。

實施例 1：

首先，製備三聚氰胺檢驗試劑：將硝酸銅(Copper(II) nitrate hydrate, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$)錯合物加入裝有丙酮(acetone)之燒杯後攪

拌約 3~5 分鐘，至硝酸銅錯合物完全溶解後備用。其中，硝酸銅錯合物之含量約為 2.0~3.0 wt.%。

接著，製備含有不同三聚氰胺濃度的樣品：

A 樣品(不含三聚氰胺)：取不含三聚氰胺之膨鬆劑(NH_4HCO_3)加入含有丙酮的玻璃樣品瓶後，蓋上蓋子並以上下搖動方式使之充份混合，搖動時間約為 3~5 分鐘，其中不含三聚氰胺之膨鬆劑的含量約為 14~16 wt.%；

B 樣品(含 10 ppm 三聚氰胺)：將三聚氰胺加入不含三聚氰胺之膨鬆劑中，配製出含 10 ppm 三聚氰胺膨鬆劑。之後，再將含 10 ppm 三聚氰胺膨鬆劑加入含有丙酮的玻璃樣品瓶後，蓋上蓋子並以上下搖動方式使之充份混合，搖動時間約為 3~5 分鐘，其中含 10 ppm 三聚氰胺膨鬆劑的含量約為 14~16 wt.%；以及

C 樣品(含 2 ppm 三聚氰胺)：取樣品 B 中所配製而成的含 10 ppm 三聚氰胺膨鬆劑，以重量比例原則加入不含三聚氰胺膨鬆劑，並使二者充份混合後得到含 2 ppm 三聚氰胺膨鬆劑。之後，將此含 2 ppm 三聚氰胺膨鬆劑加入含有丙酮的玻璃樣品瓶後，蓋上蓋子並以上下搖動方式使之充份混合，搖動時間約為 3 分鐘，其中含 2 ppm 三聚氰胺膨鬆劑的含量約為 14~16 wt.%。

於三聚氰胺檢驗試劑與含有不同三聚氰胺濃度的樣品配製完成後，以 2 ml 玻璃滴管抽取三聚氰胺檢驗試劑，並添加於 A 樣品、B 樣品及 C 樣品中，使三聚氰胺檢驗試劑在各個樣品中具有 17~19 wt.%的含量。接著，分別將樣品瓶蓋上蓋子，並以上下搖動方式

胺)。因此，可藉由目視檢測的方法立即得知樣品中是否含有三聚氰胺。

實施例 3：

首先，製備三聚氰胺檢驗試劑：將硝酸鈷(Cobalt(II) nitrate hydrate, $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$)錯合物加入裝有丙酮之燒杯後攪拌約 3~5 分鐘，至硝酸銅錯合物完全溶解後備用。其中，硝酸銅錯合物之含量約為 2.0~3.0 wt.%。

接著，製備含有不同三聚氰胺濃度的樣品：

G 樣品(不含三聚氰胺之膨鬆劑)：取不含三聚氰胺之膨鬆劑(NH_4HCO_3)加入含有丙酮的玻璃樣品瓶後，蓋上蓋子並以上下搖動方式使之充份混合，搖動時間約為 3~5 分鐘，其中不含三聚氰胺之膨鬆劑的含量約為 14~16 wt.%；以及

H 樣品(含 10 ppm 三聚氰胺)：將三聚氰胺加入不含三聚氰胺之膨鬆劑中，配製出含 10 ppm 三聚氰胺膨鬆劑。之後，再將含 10 ppm 三聚氰胺膨鬆劑加入含有丙酮的玻璃樣品瓶後，蓋上蓋子並以上下搖動方式使之充份混合，搖動時間約為 3~5 分鐘，其中含 10 ppm 三聚氰胺膨鬆劑的含量約為 14~16 wt.%。

同樣的，在三聚氰胺檢驗試劑和待測定樣品裝備完成後，以 2 ml 玻璃滴管抽取三聚氰胺檢驗試劑，並添加於 G 樣品和 H 樣品中，使三聚氰胺檢驗試劑在各個樣品中具有 17~19 wt.%的含量。接著，分別將樣品瓶蓋上蓋子，並以上下搖動方式使三聚氰胺檢驗試劑分別與 G 樣品和 H 樣品充份混合，搖動時間約為 3 分鐘。

中是否具有三聚氰胺的存在。

實施例 4：

製備三聚氰胺檢驗試劑：將硝酸鈷錯合物加入裝有丙酮之燒杯後攪拌約 3~5 分鐘，至硝酸鈷錯合物完全溶解後備用。其中，硝酸鈷錯合物之含量約為 2.0~3.0 wt.%。

接著，製備含有不同三聚氰胺濃度的樣品：

I 樣品(不含三聚氰胺)：取不含三聚氰胺之奶粉加入含有丙酮的玻璃樣品瓶後，蓋上蓋子並以上下搖動方式使之充份混合，搖動時間約為 3~5 分鐘，其中不含三聚氰胺之奶粉的含量約為 14~16 wt.%；以及

J 樣品(含 10 ppm 三聚氰胺)：將三聚氰胺加入不含三聚氰胺之奶粉中，配製出含 10 ppm 三聚氰胺奶粉。之後，再將含 10 ppm 三聚氰胺奶粉加入含有丙酮的玻璃樣品瓶後，蓋上蓋子並以上下搖動方式使之充份混合，搖動時間約為 3~5 分鐘，其中含 10 ppm 三聚氰胺奶粉(milk+melamine)的含量約為 14~16 wt.%。

於三聚氰胺檢驗試劑與含有不同三聚氰胺濃度的樣品配製完成後，以 2 ml 玻璃滴管抽取三聚氰胺檢驗試劑，並添加於 I 樣品及 J 樣品中，使三聚氰胺檢驗試劑在各個樣品中具有 17~19 wt.% 的含量。接著，分別將樣品瓶蓋上蓋子，並以上下搖動方式使三聚氰胺檢驗試劑分別與 I 樣品和 J 樣品充份混合，搖動時間約為 3 分鐘。然後，靜置約 5 分鐘以得到上層為澄清的上清液以及下層為奶粉及膨鬆劑沉澱物的雙層混合液，而分別形成 I1 樣品和 J1

雖然本發明之實施例揭露如上所述，然並非用以限定本發明，任何熟習相關技藝者，在不脫離本發明之精神和範圍內，舉凡依本發明申請範圍所述之形狀、構造、特徵及精神當可做些許之變更，因此本發明之專利保護範圍須視本說明書所附之申請專利範圍所界定者為準。

【圖式簡單說明】

第 1 圖為本發明之一實施例之檢驗流程示意圖；

第 2 圖為本發明之其他實施例之檢驗流程示意圖；

第 3 圖為本發明之另一實施例之檢驗流程示意圖；

第 4A 圖至第 4C 圖為本發明之實施例 1 之樣品光譜示意圖；

第 5 圖為本發明之實施例 1 之樣品顏色變換示意圖；

第 6A 圖和第 6B 圖為本發明之實施例 2 之樣品顏色變換示意圖；

第 7A 圖至第 7D 圖為本發明之實施例 3 之樣品光譜示意圖；以及

第 8A 圖和第 8B 圖為本發明之實施例 4 之樣品光譜示意圖。

【主要元件符號說明】

A1 A1 樣品

B1 B1 樣品

C1 C1 樣品

D1 D1 樣品

E1 E1 樣品

F1 F1 樣品

公告本

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號： 98146433

※申請日： 98.12.31

※IPC 分類：

C01G 3/08 (2006.01)
C01G 51/00 (")
G01N 21/48 (")
G01N 21/33 (")

一、發明名稱：(中文/英文)

三聚氰胺檢驗試劑及其檢驗方法


DETECTION KIT OF MELAMINE AND DETECTION
METHOD THEREOF

二、中文發明摘要：

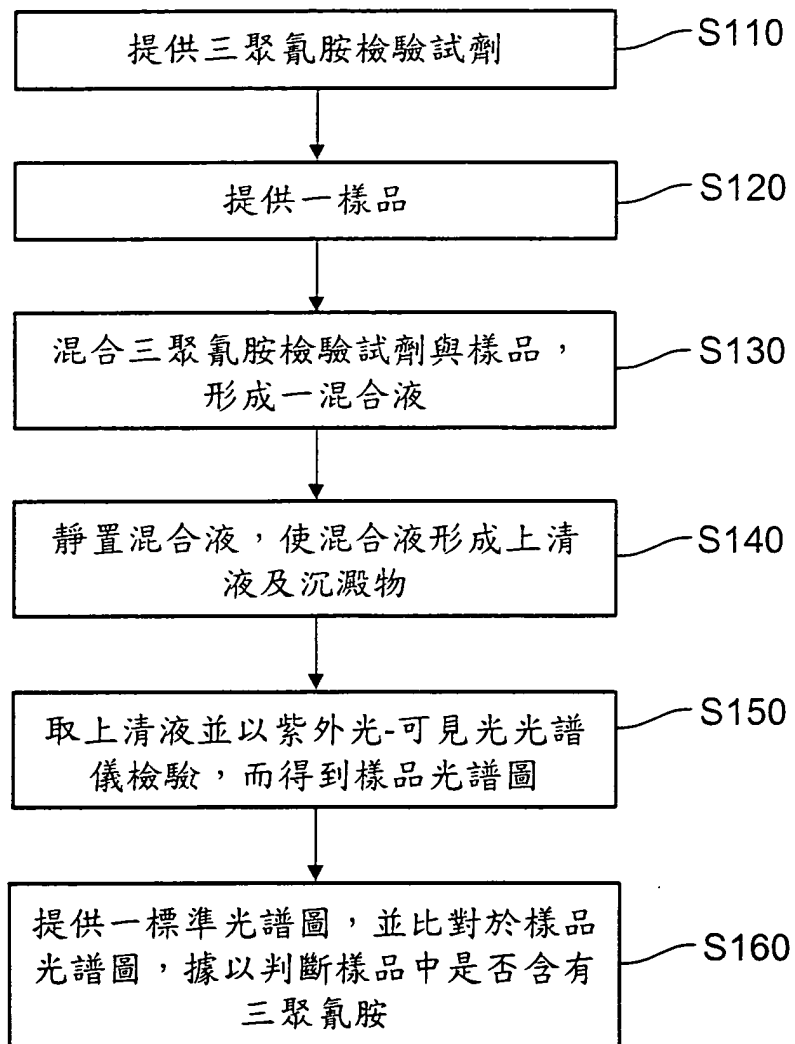
一種三聚氰胺檢驗試劑，包含有一有機溶劑及一溶解於此有機溶劑之過渡金屬錯合物。當此三聚氰胺檢驗試劑應用於樣品中三聚氰胺之檢驗時，是將三聚氰胺檢驗試劑與樣品混合，然後靜置一段時間，使形成一上清液及沉澱物。接著收集上清液並以目視方法判斷及紫外光-可見光光譜儀進行分析；之後，比對分析結果並判斷此樣品中是否含有三聚氰胺。由於所使用之檢驗方法僅需將樣品與三聚氰胺檢驗試劑混合後，即能進行後續的目視判斷及儀器分析步驟，因此可大幅簡化樣品的前處理程序並提升分析效率。

三、英文發明摘要：

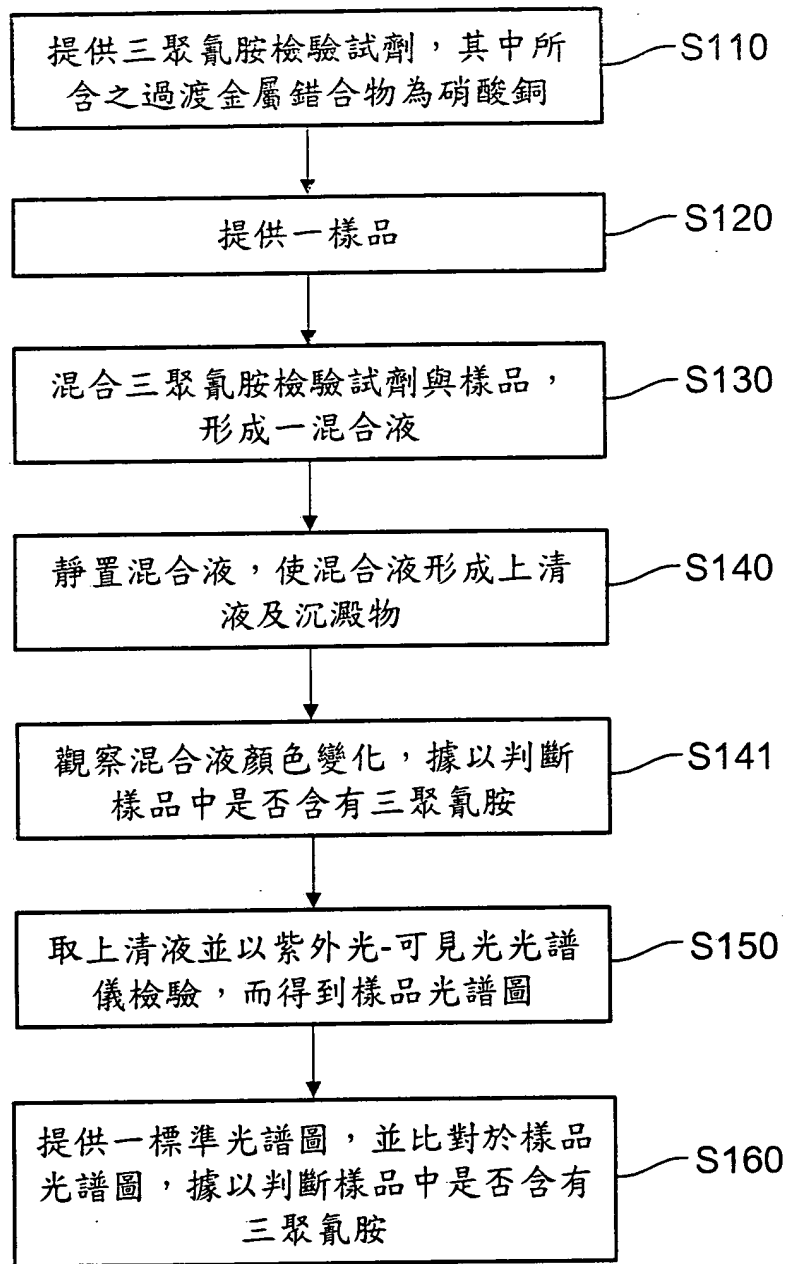
A detection kit of melamine comprises an organic solvent and a

transition metal complex which is dissolved in the  organic solvent.

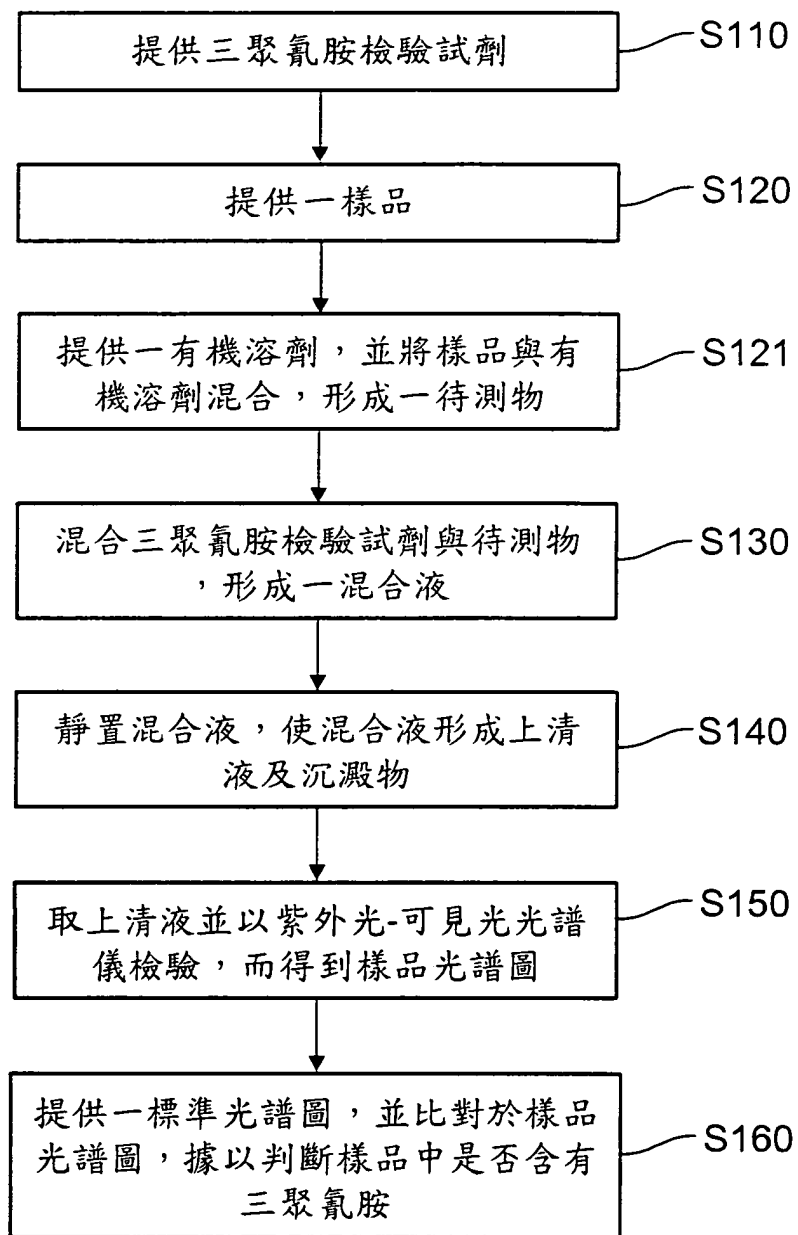
When the detection kit of melamine is applied to detect a melamine of a sample, a detection method comprising: first, mixing the detection kit of melamine with the sample and standing for forming a supernatant and a precipitate. Next, collecting the supernatant, and observing a color of the supernatant by visual method and analyzing the supernatant by a UV-VIS spectrophotometer. Finally, comparing an analysis result and confirming the sample is contaminated with the melamine or not.



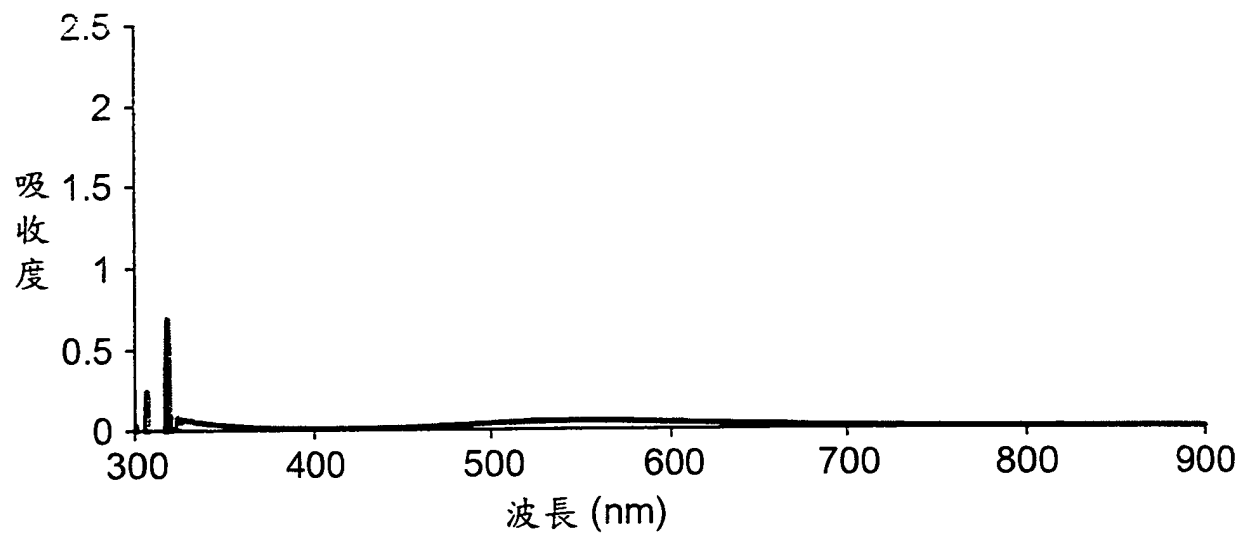
第1圖



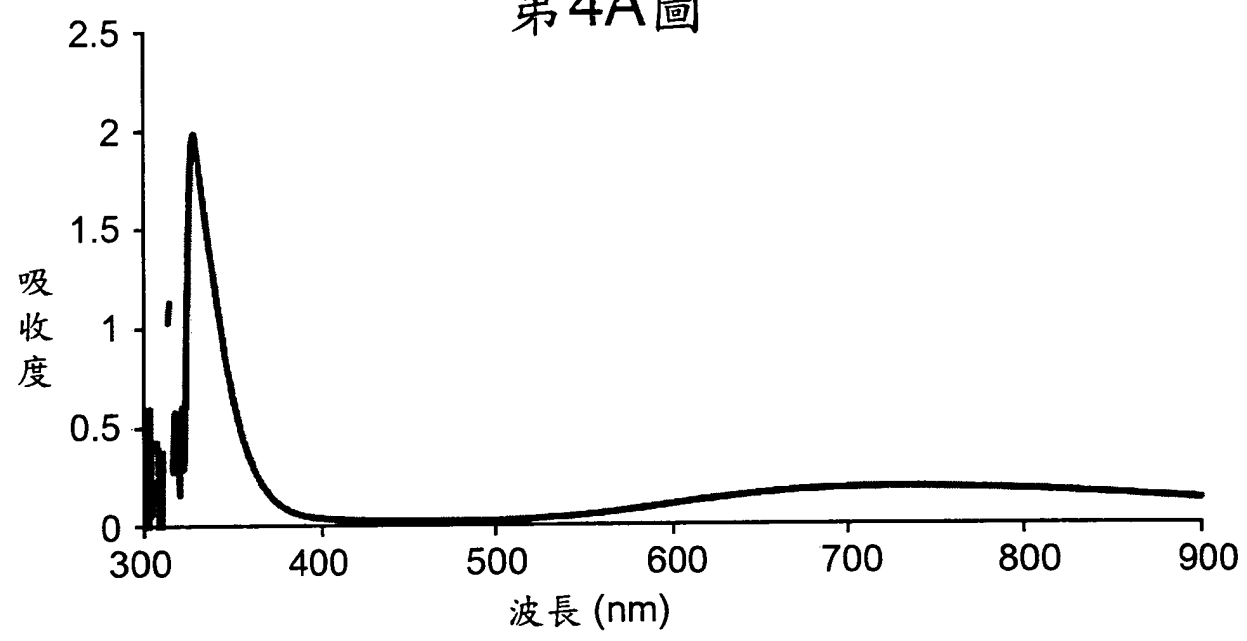
第2圖



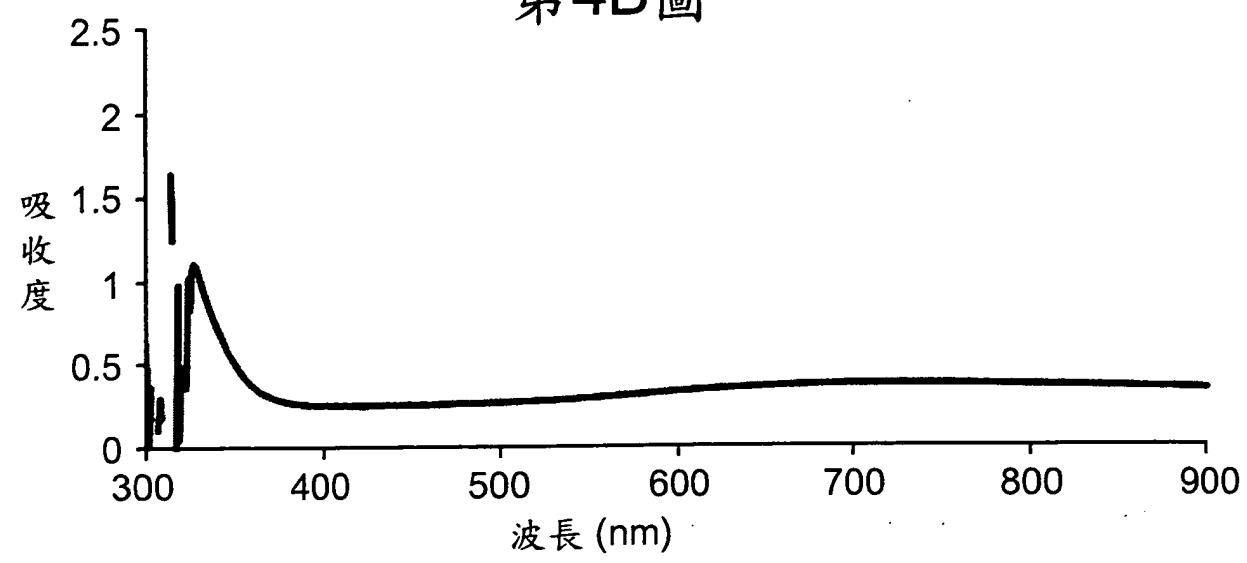
第3圖



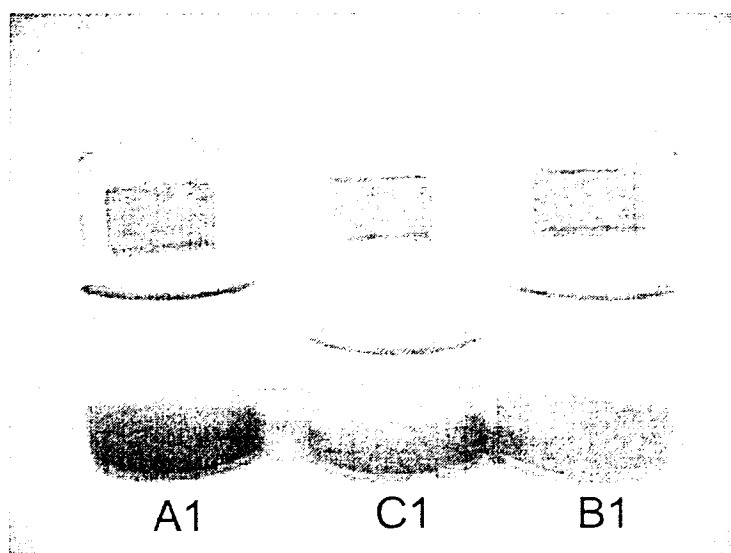
第4A圖



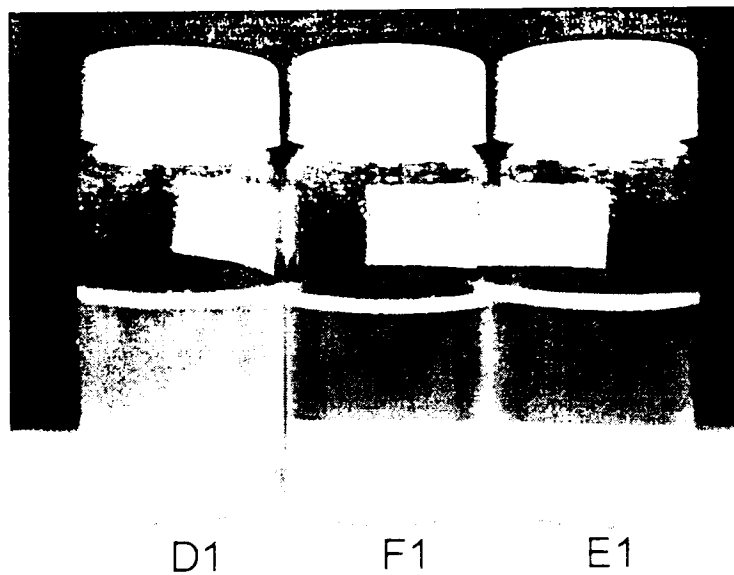
第4B圖



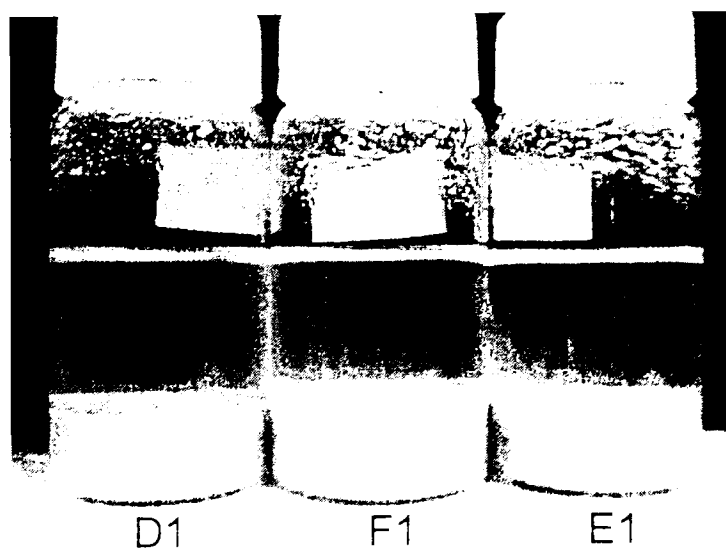
第4C圖



第5圖



第6A圖



第6B圖

四、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第(1)圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

無

99年1月3日修正替換頁

子。過渡金屬錯合物係溶解於有機溶劑中，且過渡金屬錯合物於三聚氰胺檢驗試劑中的含量為 2.0~3.0 重量百分比(wt.%)。

請參閱「第 1 圖」所示，當本發明之一實施例所揭露之三聚氰胺檢驗試劑應用於樣品中三聚氰胺之檢驗時，首先提供本實施例之三聚氰胺檢驗試劑(S110)。同時，提供一樣品(S120)，樣品可為膨鬆劑或奶粉等使用於食品工業的添加物或產物。接著將三聚氰胺檢驗試劑與樣品進行混合，使形成混合液(S130)，其中樣品於混合液中的含量為 18~19 wt.%。然後，以上下搖動的方式或以震盪器(vortex)在每分鐘 30~50 轉(rpm)的轉速下，搖晃、混合 3~5 分鐘，使三聚氰胺檢驗試劑與樣品均勻混合。於混合完畢後，將混合液於室溫下靜置 1~5 分鐘，使樣品中與有機溶劑不相容的物質沉澱，而使混合液形成一上清液(supernatant)及一沉澱物(S140)。

接著，吸取上清液並填充於一石英比色管(cuvette)中，然後將此石英比色管置入於紫外光-可見光光譜儀(UV-VIS spectrophotometer)中進行測定，以獲得一樣品光譜圖(S150)。最後，提供一標準光譜圖，並比對標準光譜圖與樣品光譜圖，藉以判斷樣品中是否含有三聚氰胺。若樣品中含有三聚氰胺，則在樣品光譜圖中會具有一三聚氰胺吸收峰(S160)。其原因在於，當含有三聚氰胺的樣品與三聚氰胺檢驗試劑混合而形成混合液時，三聚氰胺所具有的胺基(-NH₂)會與過渡金屬錯合物所具有之帶正電的金屬中心原子結合，進而形成一過渡金屬化合物。因此，利用紫外光-可見光光譜儀進行檢驗時，會在樣品光譜圖上出現胺基的吸

收峰，而表示樣品中含有三聚氰胺。

此外，如「第 2 圖」所示，在本發明之其他實施例中，當三聚氰胺檢驗試劑中所使用的過渡金屬錯合物為硝酸銅時，在靜置混合液的步驟(S140)後，可進一步觀察混合液的顏色變化，並依據混合液所呈現的顏色判斷混可品中是否含有三聚氰胺(S141)。當樣品中未摻雜有三聚氰胺時，混合液係呈現紫色。

因此，在本發明所揭露之三聚氰胺之檢驗方法中，除了可透過紫外光-可見光光譜儀檢驗樣品中是否含有三聚氰胺外，更可依據三聚氰胺檢驗試劑與樣品混合後所形成之混合液的顏色，於第一時間判斷樣品是否遭受三聚氰胺的污染。此不僅可以節省樣品的檢驗時間，並可同時簡化後續的檢驗操作步驟，而大幅提高檢驗效率和降低檢驗成本。

請參閱「第 3 圖」，在本發明之另一實施例所揭露的三聚氰胺之檢驗方法中，在樣品與三聚氰胺檢驗試劑進行混合(S130)前，先提供一有機溶劑，此有機溶劑與三聚氰胺檢驗試劑中所使用的有機溶劑相同或具有相容性，並且將樣品以 14~16 wt.%的含量添加於有機溶劑中。同時，以上下搖動的方式或以震盪器(vortex)在每分鐘 30~50 轉(rpm)的轉速下，混合 3~5 分鐘，使樣品與有機溶劑均勻混合，而形成一待測物(S121)。接著，將三聚氰胺檢驗試劑以 17~19 wt.%的含量加入於待測物中，並同樣以上下搖動的方式或以震盪器(vortex)在每分鐘 30~50 轉(rpm)的轉速下，混合 3~5 分鐘，使三聚氰胺檢驗試劑與待測物均勻混合而形成一混合液。於

使三聚氰胺檢驗試劑分別與 A 樣品、B 樣品和 C 樣品充份混合，搖動時間約為 3 分鐘。然後，靜置約 5 分鐘以得到上層為澄清的上清液以及下層為膨鬆劑沉澱物的雙層混合液，而分別形成 A1 樣品、B1 樣品及 C1 樣品。接著，分別抽取 A1 樣品、B1 樣品及 C1 樣品的上清液，並分別裝入石英比色管中。之後，以紫外光-可見光光譜儀(可掃描波長範圍為 200~900 nm(奈米))對裝有不同上清液的石英比色管進行檢驗。分別測量 A1 樣品、B1 樣品及 C1 樣品的波長吸收度，並使用丙酮做為測量時的空白值樣品(blank)。實驗結果如「第 4A 圖」至「第 4C 圖」所示，「第 4A 圖」為 A1 樣品(不含三聚氰胺， $\text{Cu}+\text{NH}_4\text{HCO}_3$)之樣品光譜圖，由於其不含有三聚氰胺，故在此做為一標準光譜圖；「第 4B 圖」為 B1 樣品(含 10 ppm 三聚氰胺， $\text{Cu}+\text{NH}_4\text{HCO}_3+\text{melamine}$)的樣品光譜圖；以及「第 4C 圖」為 C1 樣品(含 2 ppm 三聚氰胺， $\text{Cu}+\text{NH}_4\text{HCO}_3+\text{melamine}$)的樣品光譜圖。

比較「第 4A 圖」、「第 4B 圖」和「第 4C 圖」，其結果顯示，在 B1 樣品及 C1 樣品的樣品光譜圖中，分別在波長約為 600 nm 以上的可見光範圍具有一三聚氰胺吸收峰(如「第 4B 圖」和「第 4C 圖」所示)，且其強度相較於不含三聚氰胺的 A1 樣品(在此波長的吸收度趨近於 0)為高。因此，藉由比較「第 4A 圖」、「第 4B 圖」和「第 4C 圖」即可快速判斷所測定的樣品中是否含有三聚氰胺。

此外，除了以紫外光-可見光光譜儀進行檢測外，另可以目視檢測的方式，藉由觀察三聚氰胺檢驗試劑與樣品混合後的雙層混

99年1月3日修正替換頁

合液之顏色變換，可判斷樣品中是否含有三聚氰胺。

在三聚氰胺檢驗試劑與樣品混合後，A1 樣品、B1 樣品和 C1 樣品之間的顏色變換尚不明顯(未圖示)。如「第 5 圖」所示，但是當這些雙層混合液在靜置約 35 分鐘後，未含有三聚氰胺的 A1 樣品轉變為紫外，而不同於 B1 樣品和 C1 樣品。因此，可藉由目視檢測的方法立即得知樣品中是否含有三聚氰胺。

實施例 2：

首先，製備三聚氰胺檢驗試劑：將硝酸銅錯合物加入裝有丙酮之燒杯後攪拌約 3~5 分鐘，至硝酸銅錯合物完全溶解後備用。其中，硝酸銅錯合物之含量約為 2.0~3.0 wt.%。

接著，製備含有不同三聚氰胺濃度的樣品：

D 樣品(不含三聚氰胺)：取不含三聚氰胺之奶粉加入含有丙酮的玻璃樣品瓶後，蓋上蓋子並以上下搖動方式使之充份混合，搖動時間約為 3~5 分鐘，其中不含三聚氰胺之奶粉的含量約為 14~16 wt.%；

E 樣品(含 10 ppm 三聚氰胺)：將三聚氰胺加入不含三聚氰胺之奶粉中，配製出含 10 ppm 三聚氰胺奶粉。之後，再將含 10 ppm 三聚氰胺奶粉加入含有丙酮的玻璃樣品瓶後，蓋上蓋子並以上下搖動方式使之充份混合，搖動時間約為 3~5 分鐘，其中含 10 ppm 三聚氰胺奶粉的含量約為 14~16 wt.%；以及

F 樣品(含 2 ppm 三聚氰胺，Cu+NH₄HCO₃+melamine)：取樣品 E 中所配製而成的含 10 ppm 三聚氰胺奶粉，以重量比例原則加

99年1月13日修正替換項

入不含三聚氰胺奶粉，並使二者充份混合後得到含 2 ppm 三聚氰胺奶粉。之後，將此含 2 ppm 三聚氰胺奶粉加入含有丙酮的玻璃樣品瓶後，蓋上蓋子並以上下搖動方式使之充份混合，搖動時間約為 3 分鐘，其中含 2 ppm 三聚氰胺奶粉的含量約為 14~16 wt.%。

於三聚氰胺檢驗試劑與含有不同三聚氰胺濃度的樣品配製完成後，以 2 ml 玻璃滴管抽取三聚氰胺檢驗試劑，並添加於 D 樣品、E 樣品及 F 樣品中，使三聚氰胺檢驗試劑在各個樣品中具有 17~19 wt.% 的含量。同時，分別於 D 樣品、E 樣品及 F 樣品中添加膨鬆劑，使膨鬆劑在各個樣品中的含量介於 8.5~9.5 wt.%，藉以模擬市售之奶類產品。接著，分別將樣品瓶蓋上蓋子，並以上下搖動方式使三聚氰胺檢驗試劑分別與 D 樣品、E 樣品和 F 樣品充份混合，搖動時間約為 3 分鐘。然後，靜置約 5 分鐘以得到上層為澄清的上清液以及下層為奶粉及膨鬆劑沉澱物的雙層混合液，而分別形成 D1 樣品(不含三聚氰胺， $\text{Cu}+\text{NH}_4\text{HCO}_3$)、E1 樣品(含 10 ppm 三聚氰胺， $\text{Cu}+\text{NH}_4\text{HCO}_3+\text{melamine}$)及 F1 樣品(含 10 ppm 三聚氰胺， $\text{Cu}+\text{NH}_4\text{HCO}_3+\text{melamine}$)。接著，以目視檢測的方式，藉由觀察三聚氰胺檢驗試劑與樣品混合後的雙層混合液之顏色變換，以判斷樣品中是否含有三聚氰胺。

如「第 6A 圖」所示，在三聚氰胺檢驗試劑與樣品混合後，D1 樣品、E1 樣品和 F1 樣品的顏色變換尚不明顯。如「第 6B 圖」所示，但是當這些雙層混合液在靜置約 35 分鐘後，D1 樣品(不含三聚氰胺)轉變為紫色，而不同於 E1 樣品和 F1 樣品(含有三聚氰

然後，靜置約 5 分鐘以得到上層為澄清的上清液以及下層為膨鬆劑沉澱物的雙層混合液，而形成 G1 樣品和 H1 樣品。其中，G1 樣品為三聚氰胺檢驗試劑與 G 樣品所形成的雙層混合液，而 H1 樣品則為三聚氰胺檢驗試劑與 H 樣品所形成的雙層混合液。

接著，分別抽取 G 樣品、H 樣品、G1 樣品及 H1 樣品的上清液，並分別裝入石英比色管中。之後，以紫外光-可見光光譜儀(可掃描波長範圍為 200~900 nm(奈米))對裝有不同上清液的石英比色管進行檢驗。分別測量 G 樣品、H 樣品、G1 樣品及 H1 樣品的波長吸收度，並使用丙酮做為測量時的空白值樣品(blank)。

實驗結果如「第 7A 圖」至「第 7D 圖」所示，「第 7A 圖」為 G 樣品(不含三聚氰胺之膨鬆劑， NH_4HCO_3)之樣品光譜圖，係做為對照組；「第 7B 圖」為 H 樣品(含 10 ppm 三聚氰胺， NH_4HCO_3 +melamine)之樣品光譜圖，係做為對照組；「第 7C 圖」為 G1 樣品(不含三聚氰胺， $\text{Co}+\text{NH}_4\text{HCO}_3$)的樣品光譜圖，在此做為一標準光譜圖；以及「第 7D 圖」為 H1 樣品(含 10 ppm 三聚氰胺， $\text{Co}+\text{NH}_4\text{HCO}_3$ +melamine)的樣品光譜圖。

比較「第 7A 圖」至「第 7D 圖」，其結果顯示，在 G1 樣品的樣品光譜圖中，於波長約為 269 nm 的位置具有一非常明顯的特徵峰(如「第 7C 圖」所示)。然而，當樣品中含有三聚氰胺時，如「第 7D 圖」所示，在 H1 樣品的樣品光譜圖中，在約 305 nm 的位置出現一三聚氰胺特徵峰，而原先位於 269 nm 的特徵峰則消失不見。因此，藉由 G 樣品至 H1 樣品的樣品光譜圖，可清楚的判別樣品

99年12月2日修正替換頁

樣品。

然後，分別取 I1 樣品及 J1 樣品的上清液，並分別裝入石英比色管中。之後，以紫外光-可見光光譜儀(可掃描波長範圍為 200~900 nm(奈米))對裝有不同上清液的石英比色管進行檢驗。分別測量 I1 樣品及 J1 樣品的光穿透率，並使用丙酮做為測量時的空白值樣品(blank)。

實驗結果如「第 8A 圖」和「第 8B 圖」所示，「第 8A 圖」為 I1 樣品(不含三聚氰胺，Co+milk)之樣品光譜圖，由於其不含有三聚氰胺，故在此做為一標準光譜圖。「第 8B 圖」為 J1 樣品(含 10 ppm 三聚氰胺，Co+milk+melamine)之樣品光譜圖，並比較「第 8A 圖」和「第 8B 圖」。

如「第 8B 圖」所示，在 J1 樣品的樣品光譜圖中，於波長約為 297 nm 的位置具有一非常明顯的三聚氰胺特徵峰。因此，可據此判斷 J1 樣品中確實具有三聚氰胺。

本發明所揭露之三聚氰胺檢驗試劑，由於其所含有之過渡金屬錯合物所具有之帶正電的金屬中心原子可與三聚氰胺之胺基結合的特性。因此，當此三聚氰胺檢驗試劑應用於三聚氰胺的檢驗時，可經由三聚氰胺檢驗試劑的顏色變換，或經由紫外光-可見光光譜儀的檢測，而得到樣品中含有三聚氰胺的檢驗結果。由於不需對所欲檢測的樣品進行如萃取、純化等前處理程序，因此可加速對樣品的檢驗程序及效率，並大幅降低檢驗樣品時所需耗費的成本。

七、申請專利範圍：

1. 一種三聚氰胺檢驗試劑，包含有：

一有機溶劑；以及

一過渡金屬錯合物，溶解於該有機溶劑中，該過渡金屬錯合物具有一帶正電之金屬中心原子，該過渡金屬錯合物係藉由該帶正電之金屬中心原子與一三聚氰胺之胺基相結合，而形成一過渡金屬化合物。

2. 如請求項 1 所述之三聚氰胺檢驗試劑，其中該有機溶劑係選自丙酮、乙醇及異丙醇其中之一。

3. 如請求項 1 所述之三聚氰胺檢驗試劑，其中該過渡金屬錯合物係選自硝酸銅或硝酸鈷。

4. 如請求項 1 所述之三聚氰胺檢驗試劑，其中該過渡金屬錯合物之重量百分比介於 2.0~3.0 之間。

5. 一種三聚氰胺之檢驗方法，包括有下列步驟：

提供一三聚氰胺檢驗試劑，該三聚氰胺檢驗試劑包含一有機溶劑及一溶解於該有機溶劑之過渡金屬錯合物，該過渡金屬錯合物具有一帶正電之金屬中心原子，該過渡金屬錯合物係藉由該帶正電之金屬中心原子與一三聚氰胺之胺基相結合；

提供一樣品；

混合該三聚氰胺檢驗試劑及該樣品，使形成一混合液；

靜置該混合液，使形成一上清液及一沉澱物；

取該上清液並以一紫外光-可見光光譜儀進行測定，以獲得

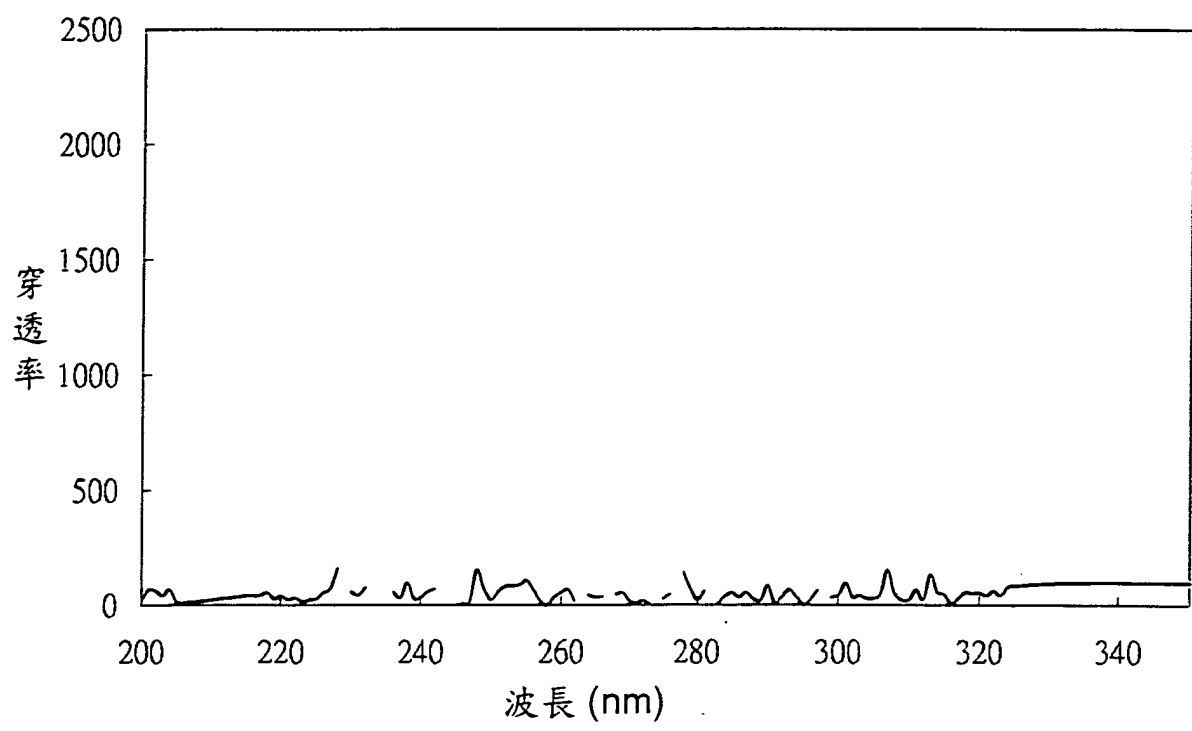
一樣品光譜圖；以及

提供一標準光譜圖，並比對該樣品光譜圖與該標準光譜圖，以判斷該樣品中是否含有三聚氰胺，若是，則該樣品光譜圖具有一三聚氰胺吸收峰。

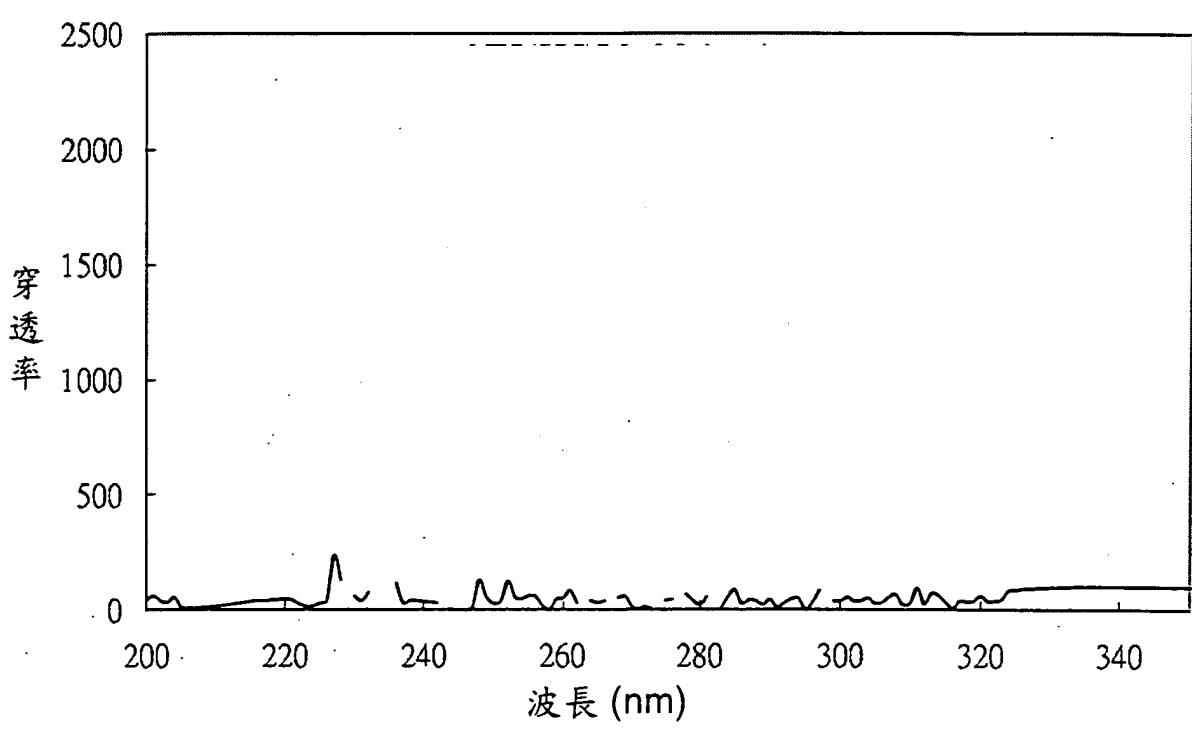
6. 如請求項 5 所述之三聚氰胺之檢驗方法，其中該過渡金屬錯合物之重量百分比介於 2.0~3.0 之間。
7. 如請求項 5 所述之三聚氰胺之檢驗方法，其中該有機溶劑係選自丙酮、乙醇及異丙醇其中之一。
8. 如請求項 5 所述之三聚氰胺之檢驗方法，其中該過渡金屬錯合物係選自硝酸銅或硝酸鈷。
9. 如請求項 8 所述之三聚氰胺之檢驗方法，其中該過渡金屬錯合物係選自硝酸銅，且於靜置該混合液之步驟後，更包括一觀察該混合液顏色變化之步驟，並依據該混合液判斷該樣品是否具有該三聚氰胺，若否，則該混合液呈紫色。
10. 如請求項 5 所述之三聚氰胺之檢驗方法，其中該樣品係選自膨鬆劑或奶粉。
11. 如請求項 5 所述之三聚氰胺之檢驗方法，其中該三聚氰胺檢驗試劑於該混合液中之重量百分比介於 17 至 19 之間。
12. 如請求項 5 所述之三聚氰胺之檢驗方法，其中靜置該混合液之步驟，係靜置該混合液 1 至 5 分鐘。
13. 如請求項 5 所述之三聚氰胺之檢驗方法，其中於靜置該混合液之步驟前，更包含一搖晃該混合液之步驟。

14. 如請求項 13 所述之三聚氰胺之檢驗方法，其中該搖晃該混合液之步驟，係搖晃該混合液 1 至 5 分鐘。
15. 如請求項 5 所述之三聚氰胺之檢驗方法，其中於混合該三聚氰胺檢驗試劑及該樣品之步驟前，更包含提供另一有機溶劑，並將該樣品與該有機溶劑混合之步驟。

09年1月2日修正替換頁

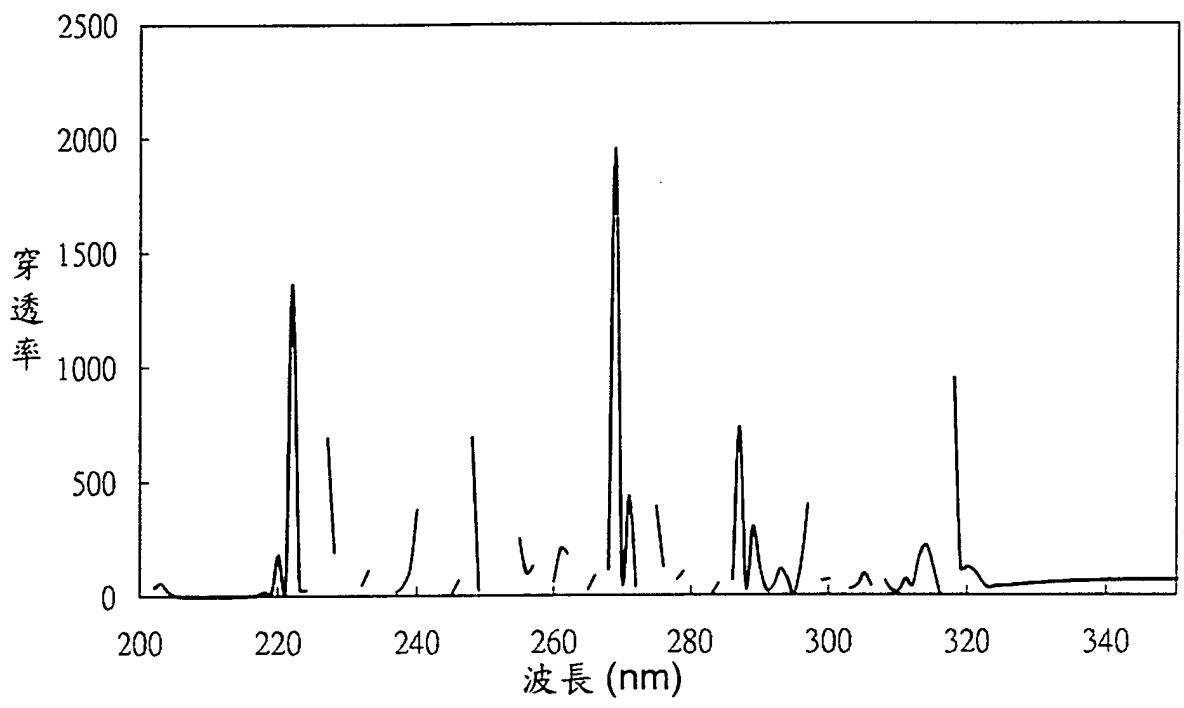


第7A圖

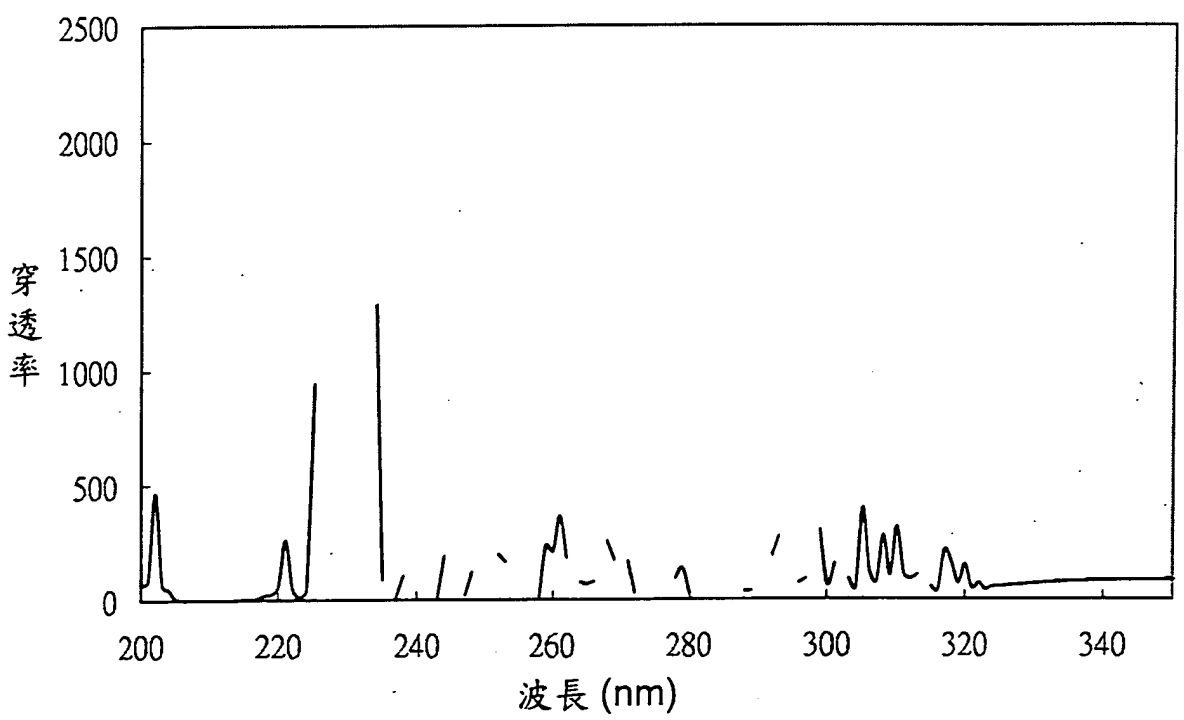


第7B圖

99年1月22日修正替換頁

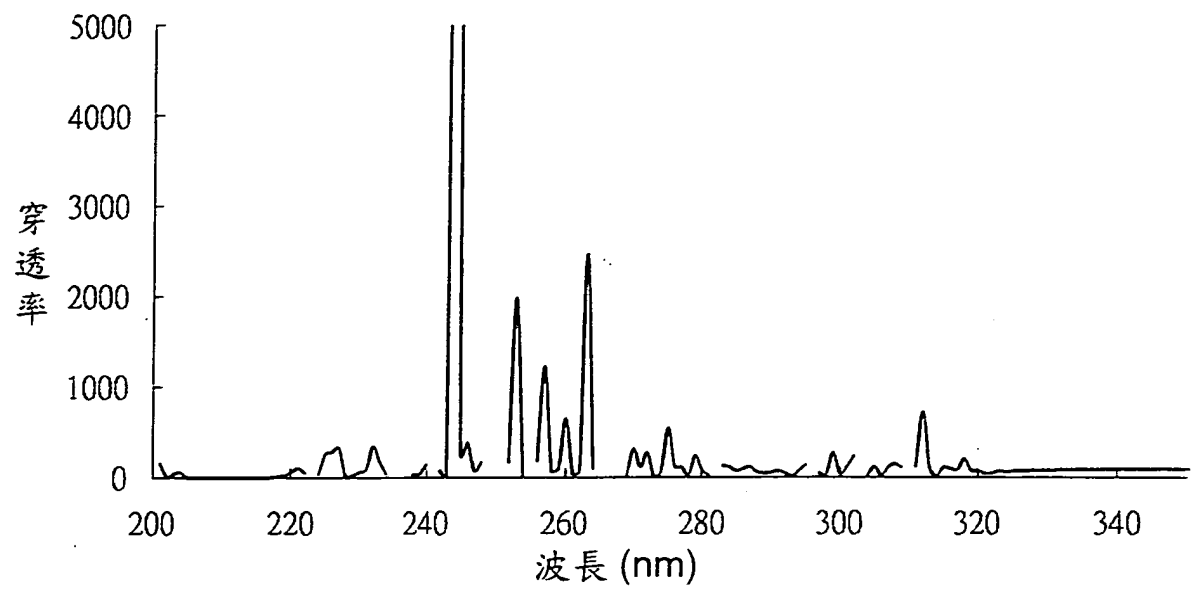


第7C圖

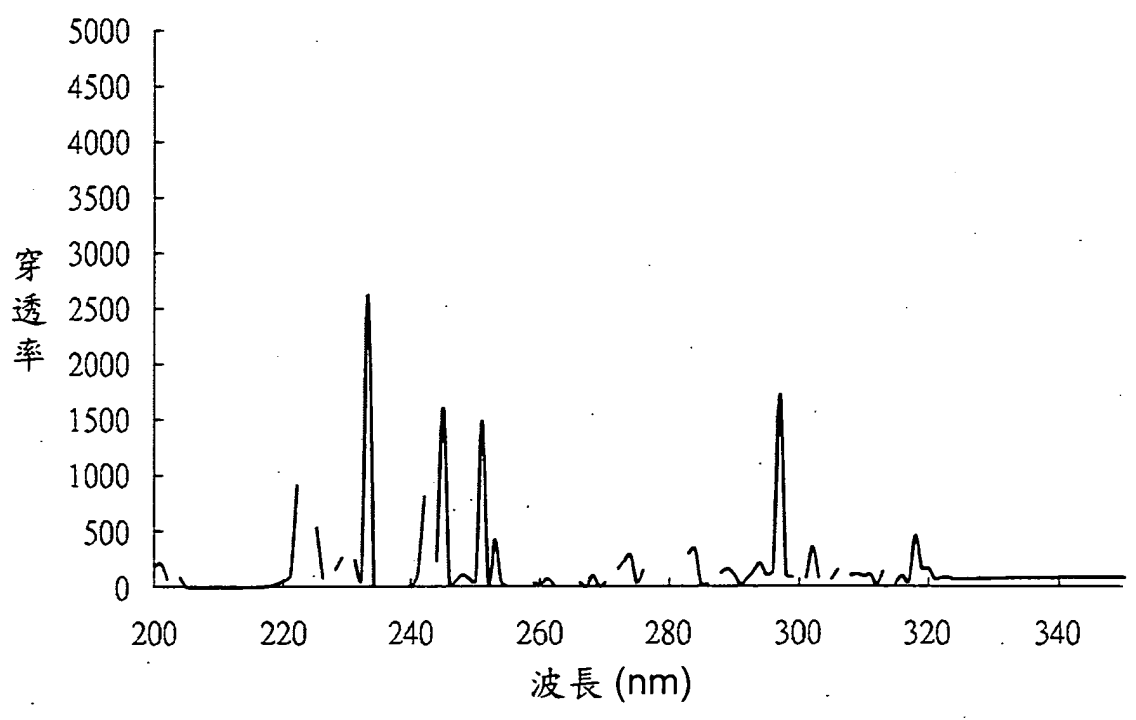


第7D圖

99年1月22日修正替換頁



第8A圖



第8B圖