

# 凯氏定氮仪测定三聚氰胺中的氮含量

## 1 前言

三聚氰胺 (Melamine) (化学式:  $C_3H_6N_6$ ) , IUPAC 命名为 “1, 3, 5-三嗪-2, 4, 6-三氨基” , 三聚氰胺也叫密胺, 是一种工业上常用的加工助剂和原料, 主要应用在化工和工业方面例如塑料、纺织品等的生产和制造。比较常接触的三聚氰胺制品, 例如超市中常见的仿瓷餐具和密胺树脂制品等, 其主体材料就是三聚氰胺。其材质稳定耐用、加工成本低, 所以应用比较广泛。本实验对三聚氰胺中的氮含量采用凯氏定氮法进行测定。

## 2 仪器与试剂

### 2.1 仪器

K1160 全自动凯氏定氮仪, SH420F 石墨消解仪, 分析天平。

### 2.2 试剂

硫酸 (分析纯) , 20g/L 硼酸溶液, 溴甲酚绿-甲基红混合指示剂, 400g/L 氢氧化钠, 混合催化剂 (3g  $K_2SO_4$ 、0.2g  $CuSO_4$ ) , 0.1mol/L 硫酸标准滴定液。

## 3 实验方法

### 3.1 取样

称取样品 0.05g (精确至 0.1mg) 左右, 加入消化管。加入混合催化剂 3.2g, 沿消化管壁加入浓硫酸 10mL。

### 3.2 消解

设定消解参数

表 1 消解参数设置

| 阶段 | 温度/°C | 保持/min |
|----|-------|--------|
| 1  | 280   | 20     |
| 2  | 420   | 90     |

### 3.3 测试

表 2 定氮仪参数设置

| 硼酸   | 稀释水  | 碱液   | 蒸馏量  | 蒸汽流量 | 蛋白系数 | 滴定酸浓度       |
|------|------|------|------|------|------|-------------|
| 20mL | 50mL | 40mL | 5min | 100% | 0    | 0.1144mol/L |

## 4 结果与讨论

### 4.1 实验结果

表 3 三聚氰胺中的氮含量测试结果

| 样品名称 | 样品重量 g | 氮含量%   | 平均值%   | RSD% |
|------|--------|--------|--------|------|
| 三聚氰胺 | 0.0516 | 66.540 | 66.591 | 0.07 |
|      | 0.0516 | 66.540 |        |      |
|      | 0.0516 | 66.540 |        |      |

### 4.2 结论

测试结果显示本次测试的三聚氰胺中氮含量为 66.591%，氮含量极高。本来这种物质不应该被添加到食品中，但是由于“奶粉事件”的发生这种物质在非法添加物黑名单上为大众所

知。事件的主要起因是由于目前常用的蛋白质测试方法“凯氏定氮法”，其原理是通过测出含氮量乘以 6.25 来估算蛋白质含量，因此，添加三聚氰胺会使得食品的蛋白质测试含量虚高，从而使劣质食品和饲料在检验机构只做粗蛋白质简易测试时蒙混过关。据估算在植物蛋白粉和饲料中使测试蛋白质含量增加一个百分点，用三聚氰胺的花费只有真实蛋白原料的 1/5。三聚氰胺作为一种白色结晶粉末，没有什么气味和味道，所以掺杂后不易被发现。

**注意事项：**此样品含氮量极高，因此取样量较小。