

## 第三部分 食品、乳制品中三聚氰胺的测定

### 1、三聚氰胺简介

三聚氰胺为纯白色单斜棱晶体，无味，低毒。快速加热升华，升华温度 300℃。溶于热水，微溶于冷水，极微溶于热乙醇，不溶于醚、苯和四氯化碳，可溶于甲醇、甲醛、乙酸、热乙二醇、甘油、吡啶等。在一般情况下较稳定，但在高温下可能会分解放出氰化物，分解时同时放出不支持燃烧的氮气，因此可作阻燃剂。

三聚氰胺呈弱碱( $pK_b=8$ )，与盐酸、硫酸、硝酸、乙酸、草酸等都能形成三聚氰胺盐，遇强酸或强碱水溶液水解，胺基逐步被羟基取代，先生成三聚氰酸二酰胺，进一步水解生成三聚氰酸一酰胺，最后生成三聚氰酸。研究发现，在食品中只有同时含有三聚氰胺和三聚氰酸这两种化学成分时才对婴儿健康构成威胁。这样看来虽然三聚氰胺和三聚氰酸共同作用下才会导致肾结石，但是三聚氰胺在胃的强酸性环境中会有部分水解成为三聚氰酸，因此只要含有了三聚氰胺就相当于含有了三聚氰酸，其危害的本身仍源于三聚氰胺。

目前国际上测量食品蛋白质含量通行的方法——凯氏定氮法，是通过测出含氮量来估算蛋白质含量的。与蛋白质 16% 左右的含氮量相比，三聚氰胺的含氮量高达 66%，因此，无良商人常将其用作“食品添加剂”，以提升食品检测中的蛋白质含量指标，造成蛋白质含量达标的假象，从而使劣质食品通过食品检验机构的测试。

对主要营养来源于奶粉的婴幼儿来说，如果大量食用含有三聚氰胺的奶粉会在肾部生成结石。长期摄入三聚氰胺，甚至会造成肾衰竭和死亡。成年人长期摄入三聚氰胺也会造成不同程度的肾损伤。一言以蔽之，无论从任何层面上讲，食品中三聚氰胺的测量都显得尤为重要。

对此，中国政府已经规定了三聚氰胺在乳和乳制品中的临时管理限量值：婴幼儿配方乳粉中三聚氰胺的限量值为 1mg/kg；液态奶（包括原料乳）、奶粉、其他配方乳粉中三聚氰胺的限量值为 2.5mg/kg；含乳 15% 以上的其他食品中三聚氰胺的限量值为 2.5mg/kg。

### 2、前处理方法

**奶粉样品：**称量 8~15g 奶粉于 100mL 的容量瓶中，加入 10mL5% 的 HAc，定容至刻度，振荡使其充分溶解，即配制成 80~150g/L 的样品溶液；再置于离心机上：4000r/min，20min，取上层清液，经英蓝™ 渗析单元处理后直接进样分析。

**鸡蛋样品：**将鸡蛋搅碎后称量 8~15g 于 100mL 的容量瓶中，加入 10mL5% 的 HAc，定容至刻度，振荡使其充分溶解，即配制成 80~150g/L 的样品溶液；再置于离心机上：4000r/min，20min，取上层清液，经英蓝™ 渗析单元处理后直接进样分析。

### 3、测定方法

#### 分离条件

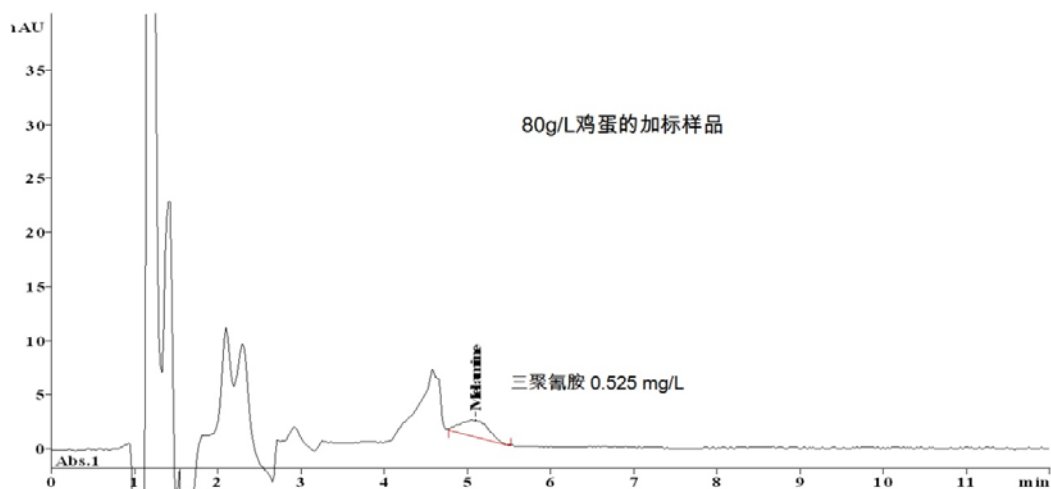
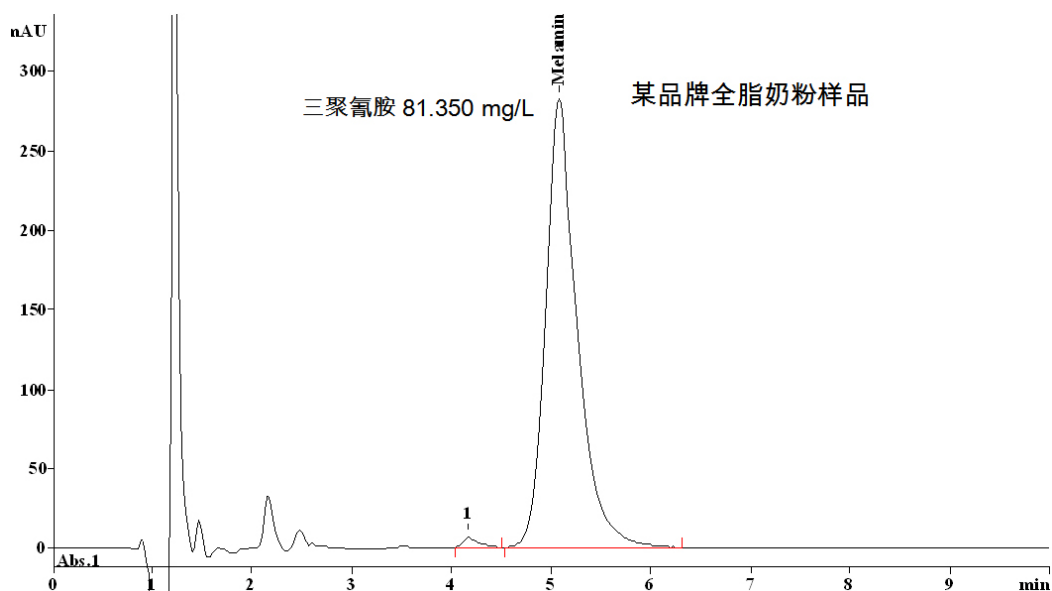
色谱柱：Metrosep C 2-100 阳离子色谱柱

检测器：紫外可见检测器

淋洗液：1.5mM  $H_2SO_4$  的超纯水溶液或 3.5mM  $HNO_3$  的超纯水溶液

流速：0.9mL/min

进样量：20μL



#### 4、结论与建议

##### 结论

1. 选用5%冰醋酸作为蛋白沉淀剂，对奶粉和鸡蛋进行蛋白沉淀并离心；
2. 为减少人为操作误差，提高检测准确度，采用瑞士万通英蓝™渗析技术对样品进行前处理；
3. 选用Metrosep C 2-100阳离子色谱柱或性能相当者对样品进行分离，配合紫外检测器进行检测，可以准确定量食品中三聚氰胺的浓度；
4. 实验结果表明该方法操作简单，准确度高；
5. 本方法的检测限为0.13mg/Kg。

##### 建议：

1. 由于三聚氰胺在强酸或强碱的环境中会发生水解生成三聚氰酸而造成三聚氰胺检测值偏低的现象，建议淋洗液的pH值应大于2.3。
2. 采用1.5mMH<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>的超纯水溶液可以得到更低的检测值和更精确的实验结果。
3. 选用Metrosep C4-150型智能阳离子分离柱，1.5mMH<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>的超纯水溶液做淋洗液，可延长三聚氰胺的保留时间，更适合复杂样品的分离，同时可获到更低检测限：0.067 mg/Kg。