



ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕЛАМИНА В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ И СЫРЬЕ ДЛЯ ИХ ПРОИЗВОДСТВА

Методика М 04-54-2008

(Издание 2012 г.)

(ФР. 1.31.2013.14657)

ВВЕДЕНИЕ

В сентябре 2008 г. достоянием широкой общественности стали факты загрязнения **меламином** различных видов пищевых продуктов (молоко, детские молочные смеси, йогурты, конфеты, шоколад, чайные напитки). Было отмечено, что недобросовестные производители добавляли меламин в продукты питания и корма для животных для имитации высокого содержания белка – одного из важнейших показателей качества продукции, определяющих ее пищевую ценность. Классическим и до сих пор единственным общепризнанным арбитражным методом определения белка является метод определения общего азота по Кьельдалю. Небольшая молекула меламина на две трети состоит из азота, поэтому даже незначительная примесь этого химического соединения способна создать иллюзию высокой питательной ценности продукта или корма.

Группа компаний «ЛЮМЭК» разработала и аттестовала **«Методику выполнения измерений массовой доли меламина в пищевых продуктах и сырье для их производства методом ВЭЖХ со спектрофотометрическим детектированием с использованием жидкостного хроматографа «ЛЮМАХРОМ®».**

МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод измерений включает следующие этапы:

- извлечении меламина водой (не требуется для жидких проб),
- осаждении белков раствором уксусной кислоты,
- определении меламина методом обращенно-фазовой ион-парной ВЭЖХ с детектированием при длине волны 220 нм.

Ориентировочное время пробоподготовки – 15 минут.

Время хроматографического анализа – 20 минут.

ДИАПАЗОН ИЗМЕРЕНИЙ

Диапазон измеряемых массовых долей меламина составляет **0,5–5000 мг/кг.**

Группа продуктов	Допустимый уровень, мг/кг	Нормативный документ
Молоко и молочные продукты	1,0	ТР ТС 021/2011 СанПин 2.3.2.1078-01
Детское питание	<1,0	ТР ТС 021/2011 ТР ТС 033/2013

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

При выполнении измерений применяют следующие оборудование и реактивы:

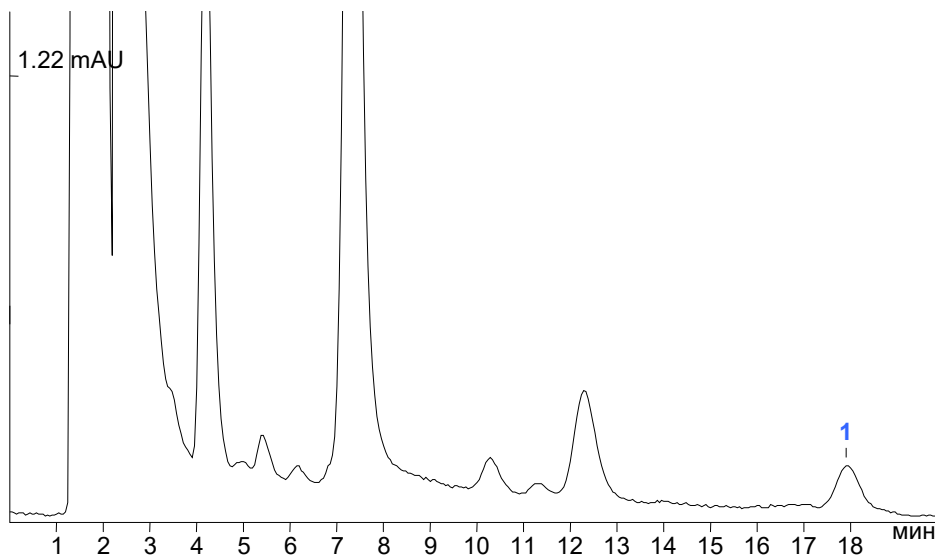
- жидкостный хроматограф «ЛЮМАХРОМ®» со спектрофотометрическим детектором;
- хроматографическая колонка с предколонкой, заполненные обращенно-фазовым сорбентом;
- устройство для перемешивания проб;
- центрифуга с числом оборотов не менее 5000 об/мин или аналогичная;
- ацетонитрил для жидкостной хроматографии, ос.ч.;
- меламин, имп., содержание основного вещества >99%;
- натриевая соль декансульфоновой кислоты, имп.;
- кислота уксусная ледяная, ос.ч.;
- кислота хлорная, ч.д.а. или ч.;
- натрия гидроксид, х.ч.

Сбор, обработку и вывод хроматографических данных осуществляют с помощью персонального компьютера с операционной системой не ниже Windows® 7/8/10, на котором установлена программа сбора и обработки хроматографических данных «МультиХром® для Windows».

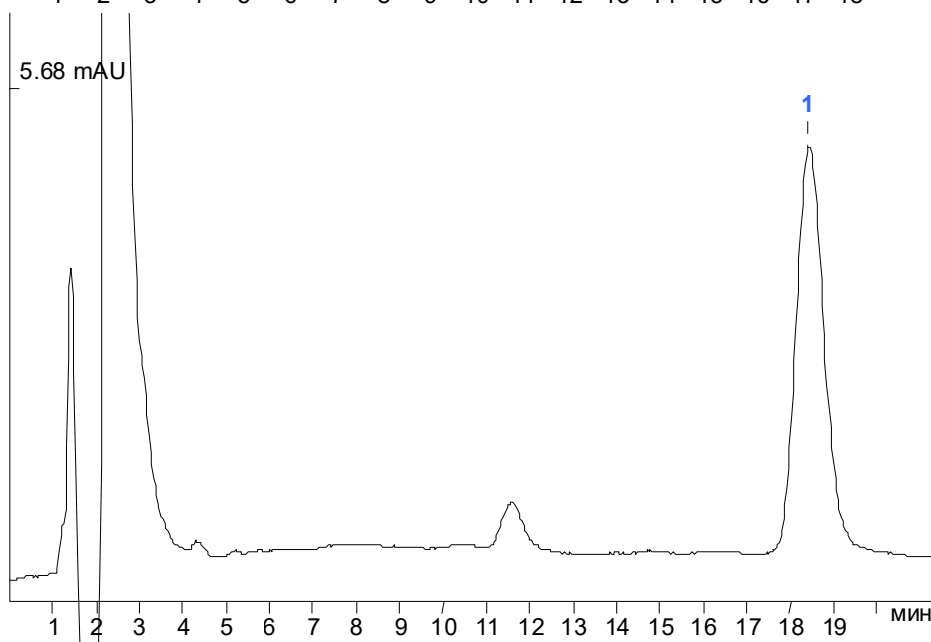


ПРИМЕРЫ АНАЛИЗА

Проба: молоко с
добавкой меламина
(введено 0,6 мг/кг)
Найдено:
1 – меламина (0,6 мг/кг)



Проба: мука
Найдено:
1 – меламина (590 мг/кг)
(экстракт пробы
разбавлен в 10 раз)



УСЛОВИЯ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Колонка: «Кромасил® С18» (150x2,1 мм, 5 мкм)

Элюент: ацетонитрил / ацетатный буфер с ион-парной добавкой, 200 мкл/мин

Объем дозируемой пробы: 10 мкл

Детектирование: фотометрическое (220 нм)