



Аналитические возможности жидкостного хроматографа МаэстроВЭЖХ с детектором на диодной матрице на примере определения меламина в молочных продуктах в соответствии с МУК 4.1.2420-08 «Определение меламина в молоке и молочных продуктах»

*Яшин А. Я. к. х. н., ведущий инженер отдела исследований и разработок, ООО Интерлаб, Россия, Москва*

#### Ключевые слова

Жидкостная хроматография, пестициды, протравливание семян, детектор на диодной матрице

#### Резюме

Показаны аналитические возможности МаэстроВЭЖХ на примере определения меламина в молочных продуктах. Рассчитаны СКО по высотам и площадям определяемого компонента. Определено содержание меламина в некоторых молочных продуктах

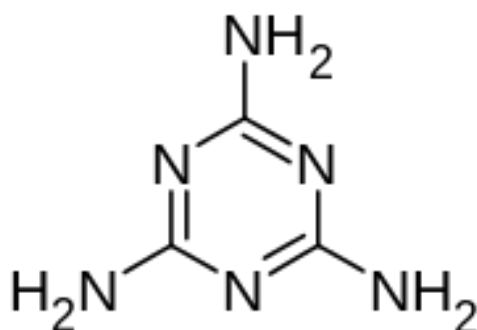
## Введение

Меламин (2,4,6-триамино-1,3,5-триазин) используется для производства пластмасс, клея, лаков, ионообменных смол, красителей и других видов химической продукции. До 1978 года во многих странах мира меламин использовался как небелковый источник азота для домашнего скота. Меламин - богатое азотом химическое вещество. Наравне с мочевиной используется недобросовестными производителями для создания иллюзии высокого содержания белка в молоке (при проведении большинства тестов содержание белка в молоке измеряется по содержанию азота). По данным Всемирной организации здравоохранения (ВОЗ), меламин является высокоопасным веществам второго класса опасности. Смертельная доза меламин при попадании в желудок 15 - 150 мг на килограмм живого веса. Характерное воздействие меламин на организм человека связано, прежде всего, с поражением мочевыделительной системы: выпадением кристаллов в моче, с последующим образованием камней в почках и развитием почечной недостаточности. Несколько лет назад обнаружилось, что некоторые китайские производители добавляли меламин в детские молочные смеси. Это привело к массовым отравлениям и даже смерти детей. В связи с этим в РФ была введена многоступенчатая система проверки продуктов, импортируемых из Китая и содержащих более 15% молока. Сообщалось, что следы меламин в молочных продуктах выявлялись в Иркутске, Владивостоке, Кемерово, Томске, Хабаровске, Новосибирске и др.

В этой ситуации Роспотребнадзором утверждены методические указания (МУК 4.1.2420-08) по определению меламин в молочных продуктах и установлена в качестве основного метода определения меламин высокоэффективная жидкостная хроматография, а в качестве арбитражного метода рекомендуют использовать хромато-масс-спектрометрию.

Согласно п. 3.39., включенного с 1 ноября 2008 года в СанПиН 2.3.2.1078-01, **не допускается присутствие меламин в пищевых продуктах.**

Меламин



## Экспериментальная часть

Для анализа использовали чистые вещества фирмы Fluka:

Меламин (стандарт, не менее 99%);

Ацетонитрил для ВЭЖХ;

Октилсульфат натрия для ион-парной хроматографии

**Инструменты:**

Жидкостный хроматограф «МаэстроВЭЖХ» с детектором на диодной матрице

Колонка Phenomenex Luna C18(2) 5 мкм 150 x4.6 мм

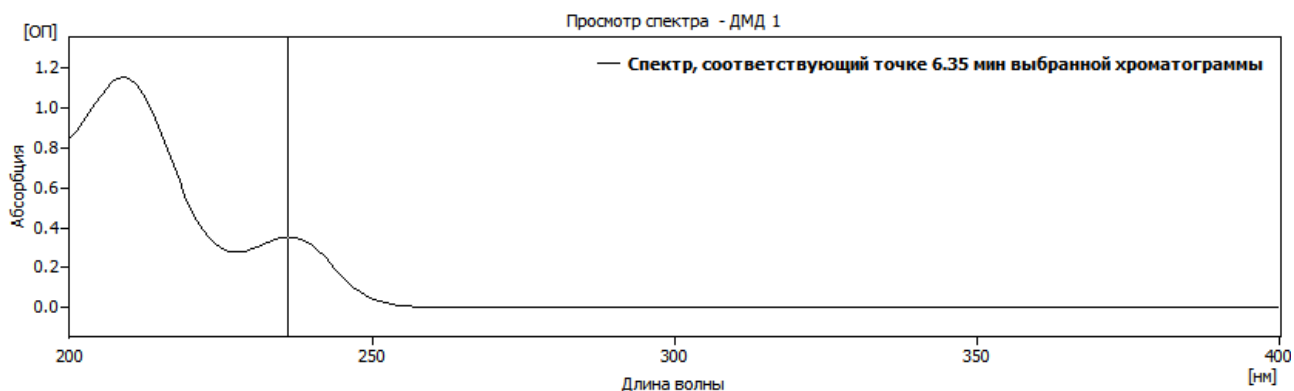
Скорость потока 1 мл/мин

Длина волны 236 нм

Подвижная фаза: А – Ацетонитрил : В - Октилсульфат натрия  $8 \cdot 10^{-3}$  М (рН 3, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>), А:В (20:80)

## Результаты и обсуждения

С использованием детектора на диодной матрице был снят спектр меламина для выбора оптимальной длины волны в диапазоне 200 – 400 нм



Для определения пестицидов выбрана длина волны 236 нм, несмотря на то, что при длине ниже 220 нм чувствительность к меламину выше, однако при этой длине волны будут определяться другие примеси, присутствующие в пробе, что может помешать определению основного компонента.

Аналогичные рекомендации по выбору длины волны приведены в МУК 4.1.2420-08.

## Типичная хроматограмма стандарта меламина с использованием детектора на диодной матрице

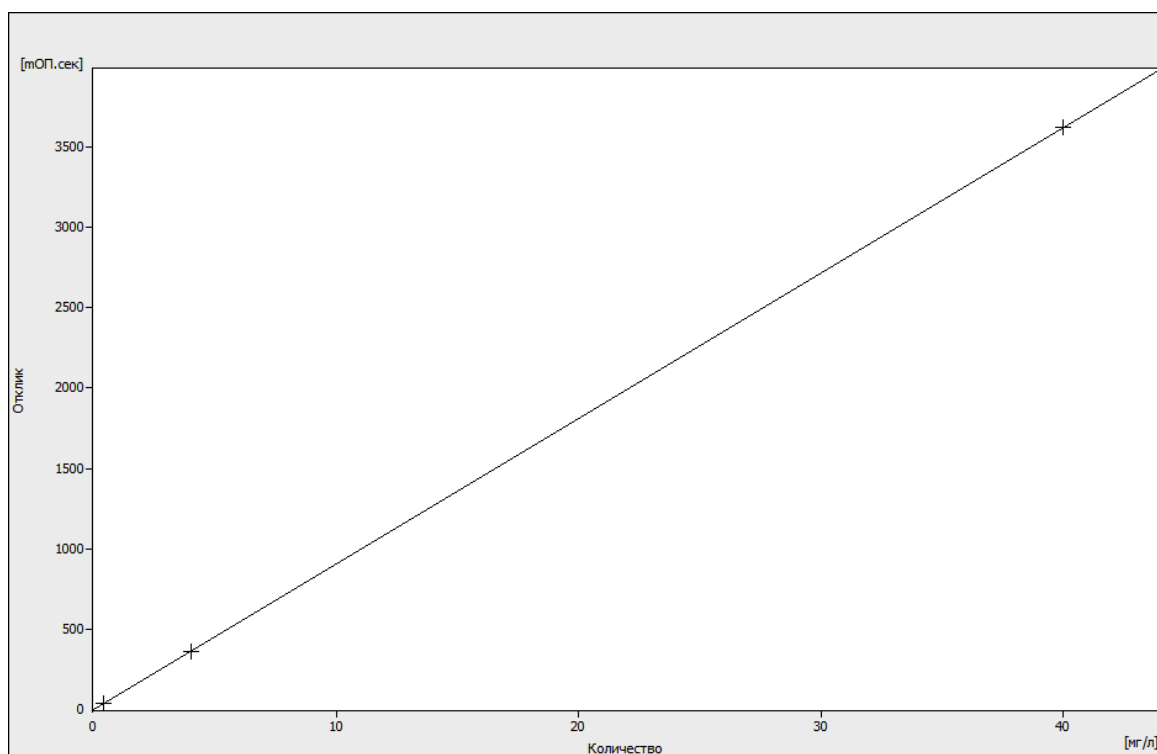


Таблица параметров для проверки стабильности системы (для компонента – меламина), детектор на диодной матрице

Хроматограмма	Время удерживания [мин]	Площадь [мОП.сек]	Высота [мОП]
Среднее значение	6.388	363.946	36.141
СКО %	<b>0.27</b>	<b>0.25</b>	<b>0.61</b>
1	6.367	363.75	36.349
2	6.373	363.402	36.221
3	6.393	365.542	36.087
4	6.407	363.491	36.262
5	6.4	363.545	35.786

Для определения меламина построен градуировочный график

Отклик	Количество
36.5	0.4
362.8	4.0
3620.3	40.0

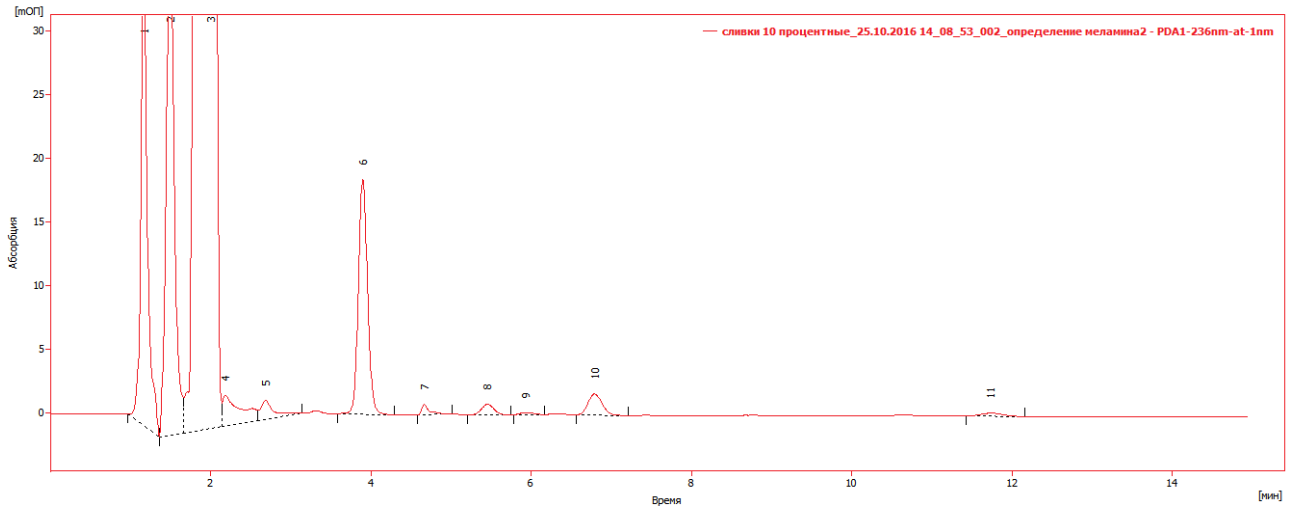


Уравнение градуировочного графика  $Y = 90.49331 * X + 0.64738$

Коэфф. корреляции 1.0

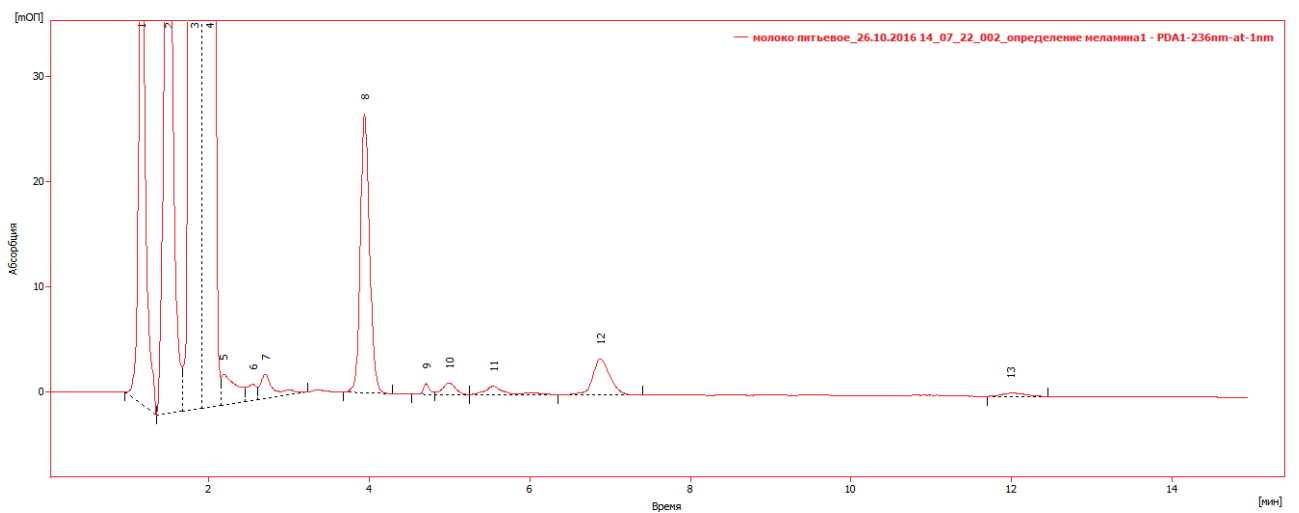
Расчетный предел детектирования (ПД) по меламину составил  $2,6 \cdot 10^{-10}$  г/мл

Хроматограмма сливок 10 % жирности. Пробоподготовка проводилась в соответствии с МУК 4.1.2420-08



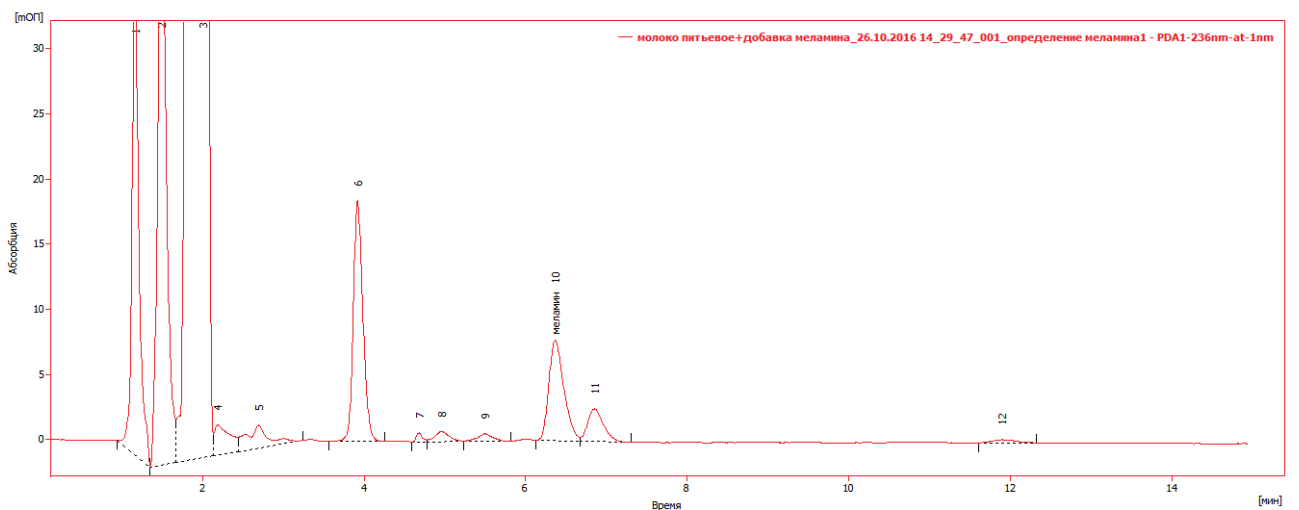
Меламин не обнаружен

Хроматограмма молока питьевого детского. Пробоподготовка проводилась в соответствии с МУК 4.1.2420-08



Меламин не обнаружен

Хроматограмма молока питьевого детского с добавкой меламина. Добавлено 1,2 мг/л меламина. Пробоподготовка проводилась в соответствии с МУК 4.1.2420-08.



	Время уд. [мин]	Площадь [мОП.сек]	Высота [мОП]	Количество [мг/л]	Название вещества
1	6.3667	99.443	7.686	1.09175	меламин

## Выводы

СКО по площадям пиков меламина составляет менее 0,5%.

Жидкостный хроматограф «МаэстроВЭЖХ» с детектором на диодной матрице можно рекомендовать лабораториям Роспотребнадзора и другим контролирующим организациям для определения меламина в молочных продуктах в соответствии с МУК 4.1.2420-08.