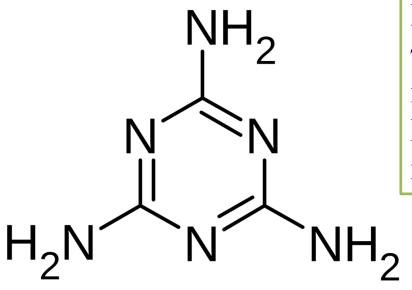
Методика определения содержания меламина в вытяжках из упаковок и материалов, контактирующих с пищевой продукцией

Полянских Елена Ильинична Фёдорова Татьяна Аркадьевна Филатченкова Екатерина Владимировна

Минск 2023



Меламин

Меламин (1,3,5-триазин-2,4,6-триамин) бесцветное кристаллическое вещество. Растворим в воде (0,5% по массе при 20 оС, 4% при 90 оС).

В промышленности меламин используют для получения меламино-формальдегидных и ионнообменных смол, ингибиторов коррозии и др. По токсичности меламин относится к 2-ой группе токсичности.

В соответствии с требованиями СанПиН 11-63 98

не допускается наличие меламина в пищевых продуктах (на уровне чувствительности метода лабораторного контроля < 1,0 мг/кг).

Цель работы

Разработать методику определения содержания меламина в вытяжках из упаковок и материалов, контактирующих с пищевой продукцией

ОНТП «Гигиеническая безопасность» задание 04.09

«Разработать и внедрить метод оценки риска здоровью, ассоциированного с миграцией химических веществ из упаковки и материалов, контактирующих с пищевой продукцией» задание 04.09 ГНТП «Научно-техническое обеспечение качества и доступности медицинских услуг»

Методика выполнения измерений

Метод основан на очистке концентрировании водных вытяжек И3 полимерных материалов методом твердофазной экстракции определении его содержания использованием высокоэффективной жидкостной хроматографии.

Подготовка проб для анализа:

Термостатирование образцов в течениие 30 минут. При необходимости фильтрование или цинтрифугирование

Отбор проборы 10 г (или 10 см 3) и добавление 0,5 см 3 раствора ТХУ 50%. Перемешивание пробы = Экстракт (1)

Проведение твердофазной экстракции (ТФЭ). Устанавливают картридж в установку для ТФЭ, включают насос, с помощью крана и секундомера устанавливают скорость элюирования 0,5 — 1,0 см³/мин

Подготовка картриджа: устанавливают картридж в установку для ТФЭ, включают насос, устанавливают скорость элюирования 0,5 – 1,0 см³/мин. Пропускают 5 см³ СН₃ОН, а затем 6 см³ Н₂О дистил.

Проведение очистки пробы

Через подготовленный картридж пропускают экстракт 1, промывают картридж 5 см³ H₂O дистил., а затем 5 см³ СН₃OH. Высушивают картридж под вакуумом в течение 1-2 мин, а затем элюирут меламин 5 см³ 1,25 % - ного раствора аммиака в метаноле, элюат собирают в центрифужную пробирку.

Упаривание элюата досуха в затоке азота при 50°С. Сухой остаток растворяют в 5 см³ Н₂О дистил.

Анализ пробы ВЭЖХ



<u>Условия</u> хроматографирования:

жидкостной хроматограф Agilent
Technologies 1260

Series с диодно-матричным детектором колонка **Eclipse SB-Aq** (4,6 x 250 мм, 5мкм)

длина волны поглощения 240 нм температура термостата 30 °С; объем вводимой пробы 20 мкл; скорость подвижной фазы 1,0 мл/мин в изократическом режиме соотношение ACN (10): ПФ (90).

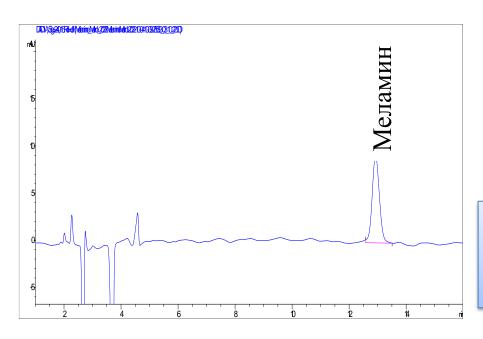


Рисунок 1 — Хроматограмма стандартного раствора меламина концентрацией 2,5 мкг/мл

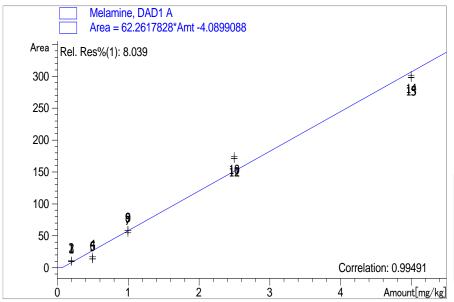


Рисунок 2 — Градуировочный график меламина в диапазоне концентрацией 0,2 до 5,0 мкг/мл

Выводы

- Разработана методика определения содержания меламина в вытяжках из упаковок и материалов, контактирующих с пищевой продукцией
- ➤ Нижний предел измерения методики составляет 0,2 мг/кг (мг/л)
- № Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений),% r= 17,9%
- ▶ Предел внутрилабораторной воспроизводимости (для двух результатов анализа),% R= 18,5%