

УДК 543.068.52

Н. І. Смик

КОМБІНОВАНИЙ СОРБЦІЙНО-СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МЕЛАМІНУ

Зібрано та проаналізовано дані щодо застосування меламіну в промисловості. Висвітлені можливі шляхи забруднення меламіном продуктів харчування й наведено дані щодо можливих причин його шкідливого впливу на організм ссавців, зокрема людей. Проаналізовано результати застосування сучасних фізико-хімічних методів для визначення вмісту меламіну в продуктах харчування. Найбільш чутливі та вибіркові хроматографічні методи з тандемним масс-детектором потребують застосування дорогої апаратури, висококваліфікованого персоналу й проведення довготривалої пробопідготовки. Більш дешеві та експресні методи: капілярний зонний електрофорез, вольтамперометрія, іонометрія, хемілюмінесценція тощо, також не можуть застосовуватися в більшості звичайних лабораторій, оскільки мають недостатню чутливість, або потребують специфічного обладнання. Показано перспективність застосування комбінованих сорбційно-спектрофотометричних та візуальних тест-методів для чутливого та вибіркового визначення й напівкількісного скрінінгу меламіну в різних об'єктах. Обрано оптимальні умови сорбційного концентрування меламіну з водних розчинів на поверхню кремнеземного сорбенту. Розроблено методику визначення меламіну, іммобілізованого на силікагелі, за його власним поглинанням у межах концентрацій 0.02-0.8 мкмоль/л. Для підвищення вибіркового методу запропоновано обробляти кремнезем після сорбції меламіну розчином аніонного барвника.

Ключові слова: меламін, сорбційно-спектрофотометричний метод, візуальний тест-метод, продукти харчування, меламін-формальдегідна смола.

Вступ

Меламін (2,4,6-триаміно-1,3,5-триазін, MEL, рис.1а) це N-вмісна гетероциклічна органічна сполука. Вперше MEL був отриманий Лібіхом у 1834 році, комерційно доступним він став наприкінці 1930х років і з того часу широко вживається у промисловості. Основна область його застосування – вироблення меламін-формальдегідної смоли, з якої виготовляють термостійку пластмасу для одноразового посуду [1], вогнетривкі матеріали та вогнезахисні покриття для деревини та тканин [2], добавки до високоякісних бетонів, вологозахисні та зносостійкі покриття для паперу та виробів з натуральної шкіри [3]. Меламін також є основним компонентом жовтого пігменту 150 (барвник для чорнил та пластику), добрив, інсектицидів (cytomazine, зокрема) та ліків (похідне арсену для боротьби з африканською сонною хворобою trypanosomiasis) [4].

Вважається, що MEL має низьку гостру токсичність для ссавців, за даними [3] $LD_{50}(MEL) = 3161$ мг/кг, для порівняння: $LD_{50}(NaCl) = 3000$ мг/кг. Хронічне ж вживання помірних кількостей меламіну може спровокувати захворювання нирок і, навіть, призвести до смерті, особливо у дітей [5]. Результати досліджень [6] пояснюють цей факт утворенням нерозчинної комплексної сполуки між меламіном та продуктом його гідролізу – цианурою кислотою, гострі часточки якого, окрім утворення каміння в нирках, псуєть мембрани еритроцитів й призводять до гемолізу, втрати клітинами K^+ , зміни форми та збільшення крихкості клітинних мембран, інгібуванню ферментативної активності. Останні дослідження показали [7, 8], що меламін здатний накопичуватися в організмі й призводити до появи проблем репродуктивної системи й захворювань на рак.

Меламін не є речовиною природного походження, відсутні офіційні рекомендації щодо його додавання до продуктів харчування, тому донедавна MEL не входив до переліку параметрів їх рутинного тестування. Однак, нещодавно було з'ясовано, що MEL може потрапляти в їжу при її контакті з пластиковим посудом. Так, авторами [9] було знайдено 0.54, 0.72, 2.2 та 1.42 мг/кг MEL відповідно, в каві, апельсиновому та лимонному соках й ферментованому молоці, які контактували з меламін-формальдегідним посудом. В 2007 – 2008 роках стало відомо про отруєння та смертні випадки в КНР, Сингапурі, Новій Зеландії, Гонконзі та Кореї, пов'язані із забрудненням меламіном продуктів харчування [10, 3]. Як згодом з'ясувалося, виробники несанкціоновано додавали MEL до молока та молочних продуктів, сумішей для дитячого харчування, цукерок, шоколаду тощо з метою імітування високого вмісту білку – одного з найбільш важливих показників якості продукції, що визначає її харчову цінність. Подібна фальсифікація стала можливою тому, що найбільш розповсюдженим і єдиним загальноприйнятим арбітражним методом визначення вмісту білку в харчових продуктах був і дотепер залишається метод, в основі якого лежить неспецифічна реакція К'ельдаля [3, 7]. Доведено [3, 11], що в імпортованих з КНР клейковині пшениці та рисовому концентраті міститься MEL в кількостях 2–80 г/кг. Слід зазначити, що перелік продуктів, які потенційно можуть містити MEL в майбутньому буде лише розширюватися, зокрема за рахунок тваринницької продукції (м'яса, яєць тощо), виробленої із застосуванням забруднених кормів. Наразі, експерти по безпеці продуктів харчування Всесвітньої організації охорони здоров'я (ВООЗ) встановили, що для дорослої людини безпечним є вживання не більше ніж 0.2 мг/кг MEL за добу [3]. Тому розробка надійних та чутливих методів визначення вмісту меламіну в продуктах харчування є нагальною потребою.

Найбільш розповсюдженими [12] для кількісного визначення MEL в продуктах харчування та тваринних кормах на сьогодні є хроматографічні методи: рідинна хроматографія [13], високоефективна рідинна хроматографія [1, 14], рідинна та газова

хроматографія з маспектрометричним детектуванням [15, 16]. Чутливість визначення меламіну цими методами сягає рівня 0.01–0.05 мг/кг. Але для їх реалізації необхідна дорога апаратура, складна й довготривала пробопідготовка, висококваліфікований персонал.

Серед інших підходів до розв'язання проблеми, варто зазначити ряд запропонованих останнім часом методів. Зокрема, імуноферментні [17], електрофоретичні [18, 19], електрохімічні [20, 21], люмінесцентні [8] та хемілюмінесцентні [22]. Кожен з цих методів має беззаперечні переваги, але з тих чи інших причин не може бути застосований у звичайній аналітичній лабораторії.

Невисока вартість апаратури, простота процедури вимірювання, та одночасно задовільна точність й чутливість сприяла широкому розповсюдженню спектрофотометрії, як рутинного методу кількісного аналізу. Цей метод також було застосовано для визначення MEL. В роботі [23] розроблено чутливу та вибірккову методику, що ґрунтується на реакції Манніха між меламіном, формальдегідом й ураніном. Недоліком цієї методики є доволі складна пробопідготовка. Інший підхід, що дозволяє проводити визначення меламіну в молоці майже без пробопідготовки реалізовано в роботі [24]. Визначення проводили із застосуванням складної хемометричної техніки – різновиду факторного аналізу – для обробки, отриманої при змінних рН, білінійної матриці УФ-спектрів (рН-спектрів) молока. Підвищення чутливості і вибіркковості спектрофотометричного методу можна також досягти шляхом його комбінування з попереднім сорбційним концентруванням [25].

Метою даної роботи була розробка комбінованого сорбційно-спектрофотометричного методу аналізу, придатного для визначення меламіну в продуктах харчування.

Методика дослідження

Реагенти та процедури. Для приготування вихідних розчинів використовували реактиви марки х.ч. та ч.д.а. і бідистильовану воду. Вихідний розчин MEL ($1.0 \cdot 10^{-3}$ М) готували розчиненням точної наважки у воді препарату виробництва НПП Укроргсинтез. Розчини з меншим вмістом MEL готували шляхом розбавлення водою вихідного безпосередньо перед проведенням експерименту. Вихідні розчини NaOH та HCl з концентрацією 1.0 моль/л готували з фіксаналів, розчини барвників (1% за масою) готували розчиненням наважки реагенту у воді. Підготовку силікагелю SG-60 з $S_{\text{пов}} = 490 \text{ м}^2/\text{г}$ та $d_{\text{пор}} = 6 \text{ нм}$ фірми Merck (СГ) проводили згідно рекомендаціям [25].

Обладнання. Кислотність середовища контролювали на іонімірі ЭВ-74 із використанням скляного H^+ -селективного та хлоридсрібного електродів. Спектри поглинання розчинів реєстрували на спектрофотометрі UNICO, спектри дифузного відбиття сорбентів – на спектрофотометрі Specord M-40 UV VIS.

Методика проведення експерименту. Сорбційне вилучення MEL з розчину проводили в статичному режимі. Для цього готували розчини необхідної концентрації ($1.0 \cdot 10^{-3}$ – $1.0 \cdot 10^{-7}$ моль/л) з певним рН (0.5–10.0). Аліквоту розчину (10.0–500.0 мл) вміщували в стакан та перемішували магнітною мішалкою з точною наважкою СГ (0.0500–0.5000 г) протягом певного часу (1.0–40.0 хв). Залишкову або рівноважну концентрацію MEL визначали спектрофотометричним методом за власним поглинанням в УФ-області. Величину сорбції (Г, %), ємність сорбенту за визначуваною речовиною (а, моль/г) та коефіцієнт розподілу MEL (D, л/г) розраховували за формулами, наведеними в [25].

Для реєстрації спектрів дифузного відбиття після сорбції сорбенти відділяли від розчину фільтруванням та висушували в сушильній шафі при температурі не вище 60 °С до повітряно-сухого стану.

Методика визначення рівноважної концентрації MEL в розчині. Меламін є слабкою основою з $pK_a = 5.05$ [26] й при $pH < 5$ утворює сполучену кислоту.

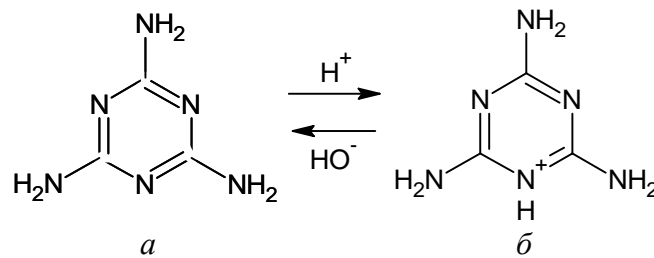


Рис. 1. Молекулярна структура меламіну (а) та його сполучена кислота (б)

Кожна з його протолітичних форм (рис. 1) поглинає електромагнітне випромінювання в УФ- області: максимум поглинання молекулярної форми MEL при $\lambda = 203$ нм, протонованої форми HMEL^+ – при $\lambda = 235$ нм. Отже, спектри поглинання розчинів меламіну істотно змінюються залежно від pH середовища. Інтенсивність світлопоглинання молекулярної форми більша за світлопоглинання протонованої форми – $\epsilon_{\text{MEL}}/\epsilon_{\text{HMEL}^+} \approx 10$, тому визначення рівноважної концентрації проводили в кислому середовищі. Для цього відбирали аліквоту розчину після сорбції, доводили його pH до 3.0 ± 0.1 (контролювали pH-метром) та вимірювали A_{203} . Вміст MEL визначали за градувальним графіком, отриманим в аналогічних умовах. Границя визначення становила $1.4 \cdot 10^{-6}$ моль/л.

Результати та їх обговорення

Вибір сорбенту. Для вилучення меламіну з розчину було обрано мінеральний сорбент силікагель SG-60 з огляду на його хімічну інертність, високу адсорбційну здатність, можливість регулювання пористості та здатність до регенерації. При контакті з водним розчином з $pH > 2$ силанольні групи на поверхні СГ дисоціюють [27] і його поверхня набуває від'ємного заряду, що сприятиме приєднанню додатньо заряджених частинок меламіну з розчину.

Вибір оптимального pH. Дослідження сорбції MEL проводили в інтервалі pH від 1.0 до 7.0.

Показано, що при $2.5 < pH < 5.0$ з 10.0 мл розчину меламіну з концентрацією $1.0 \cdot 10^{-5}$ моль/л на 0.0500 г СГ за 10 хв сорбується більше 85 % аналіту. Подальші дослідження проводили при $pH 3.5 \pm 0.1$.

Вибір оптимальних умов сорбції. Кінетичні дослідження проводили з розчинів меламіну з концентраціями $4.0 \cdot 10^{-6}$, $1.0 \cdot 10^{-5}$ та $5.0 \cdot 10^{-5}$ моль/л, об'ємом 10.0 мл, маса сорбенту 0.0500 г. Було показано, що повна сорбція (близько 90 %) спостерігається при часі контакту фаз більше 15 хв.

Дослідження залежності сорбції від об'єму розчину та маси сорбенту показало, що кількісна сорбція спостерігається за умов $V_{\text{розчину}} \geq 10.0$ мл та $m_{\text{сорбенту}} \geq 0.05$ г, максимальний коефіцієнт розподілу становить $3.8 \cdot 10^3$ мл/г ($V/m = 1000$ мл/г).

Як видно з рис. 2, іммобілізований на поверхні СГ меламін поглинає світло в УФ- області спектру, максимум поглинання зміщено у довгохвильову область порівняно з розчином. Інтенсивність поглинання сорбенту при $\lambda = 280$ нм збільшується із збільшенням вмісту меламіну в розчині. Це було покладено в основу комбінованого сорбційно-спектрофотометричного методу визначення меламіну. Градувальний графік $A_{280} = (0.004 \pm 0.002) + (0.24 \pm 0.02) \cdot C_{\text{MEL}}$, мкмоль/л лінійний в межах концентрацій 0.02–9.8 мкмоль/л.

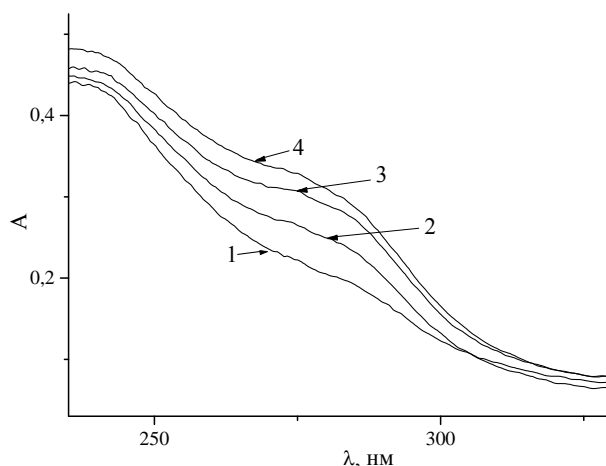


Рис. 2. Спектри дифузійного відбиття СГ з іммобілізованим MEL.
Концентрація, мкмоль/л: 0.2 (1); 0.5 (2); 1.0 (3); 2.0 (4); $V_{\text{розчину}} = 10.0$ мл; $m_{\text{сорбенту}} = 0.05$ г; рН 3.5

Вибір проявників. Переважна більшість об'єктів, які потребують визначення вмісту меламіну (біологічні рідини, продукти харчування, напої, пластиковий посуд, ґрунти тощо) містять ряд органічних речовин, що поглинають електромагнітне випромінювання в УФ- області спектру й можуть адсорбуватися на поверхню силікагелю. Раніше [25] для збільшення вибіркової в подібних ситуаціях було запропоновано обробляти сорбент органічним реагентом, який селективно реагує з іммобілізованим аналітом з утворенням забарвленої сполуки.

Найбільш перспективними реагентами-проявниками для іммобілізованої на поверхні СГ протонованої форми меламіну видаються аніонні барвники. З метою вибору оптимального реагента-проявника, повітряно-сухі сорбенти з іммобілізованим меламіном ($a_{\text{MEL}} = 2.6$ мкмоль/г, $m = 0.05$ г) протягом 5 хв обробляли 10.0 мл водних розчинів низки барвників з концентраціями 1.0 та 0.1 % та рН, що змінювався в інтервалі від 2.0 до 5.0. Після цього сорбент відділяли фільтруванням, промивали водним розчином з відповідним рН, висушували при температурі близько 60 °С та записували спектр дифузного відбиття сорбенту. Найкращі результати було отримано при застосуванні метилового оранжевого (натрієва сіль 4-(диметиламіно)-азобензол-4-сульфокислоти, МО).

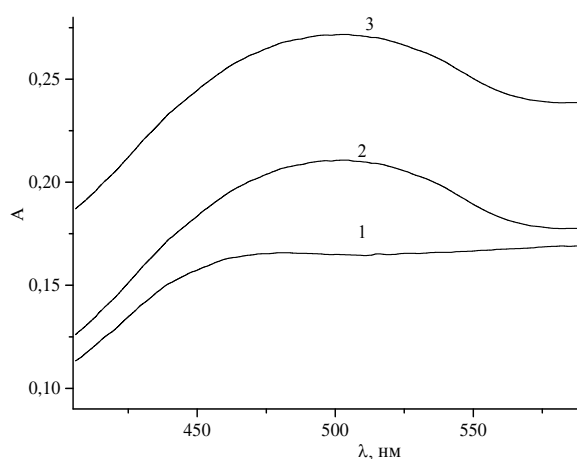


Рис.3. Спектри дифузного відбиття СГ з адсорбованим меламіном після обробки розчином МО.
Концентрації: MEL, мкмоль/л: 0 (1); 0.5 (2); 1.2 (3); МО 1 %; рН 3.5; $m = 0.05$ г

Максимальний аналітичний сигнал (A_{500}) спостерігався при обробці іммобілізованого на сорбенті MEL 1%-им розчином МО при рН 3.5 ± 0.2 . Як видно з рис. 3, при збільшенні вмісту на поверхні сорбенту MEL величина аналітичного

сигналу збільшується, колір сорбенту змінюється від рожевого до червоного. Це дає підставу для подальшої розробки більш вибіркової комбінованої сорбційно-спектрофотометричної та візуально-тестової методик визначення меламіну.

Висновки

Було оптимізовано умови сорбційно-спектрофотометричного визначення вмісту меламіну. Підтверджено переваги комбінованих методів при створенні методик чутливого, вибіркового, швидкого і дешевого аналізу об'єктів різної природи. Показано перспективи для розробки візуального тест-методу для скрінінгового визначення меламіну.

Список використаної літератури

1. Shin O. Determination of melamine derivatives, melame, meleme, ammeline and ammelide by high-performance cation-exchange chromatography / O. Shin, F. Tatsuo, I. Yasuhiko [et al.] // *J. Chromatogr. A.* – 1998. – Vol. 815. – P. 197–204.
2. Gindl W. Cell-wall hardness and Young's modulus of melamine-modified spruce wood by nano-indentation / W. Gindl, H. S. Gupta // *Composites: Part A.* – 2002. – Vol. 33. – P. 1141–1145.
3. Молчанова К. В. Меламин в молочных и пищевых продуктах: динамика и современные подходы к решению проблемы / К. В. Молчанова, Е. О. Фомина, А. Л. Носенко // *Проблеми харчування.* – 2009. – Т. 1-2. – С. 14–21.
4. FAO (Food and Agriculture Organization of the United Nations) Report of the Joint Meeting of the FAO Panel of Experts on Pesticide Residues in Food. – 2006.
5. Chen J. A Worldwide food safety concern in 2008-melamine-contaminated infant formula in China caused urinary tract stone in 290,000 children in China / J. Chen // *Chinese Medical Journal.* – 2009. – Vol. 122, N. 3. – P. 243–244.
6. Cui W. Hemolysis of human erythrocytes induced by melamine–cyanurate complex / W. Cui, Q. Xurong, H. Bo, He Fengqun [et al.] // *Biochem. Biophys. Res. Commun.* – 2010. – Vol. 402. – P. 773–777.
7. Tuan Yu. Melamine contamination / Yu. Tuan, M. Yang, Sh. Jong [et al.] // *Anal. Bioanal. Chem.* – 2009. – Vol. 395. – P. 729–735.
8. Attia M. S. Determination of melamine in different milk batches using a novel chemosensor based on the luminescence quenching of Ru(II) carbonil complex / M. S. Attia, E. Bakir, A. A. Abdel-aziz [et al.] // *Talanta.* – 2011. – Vol. 84. – P. 27–33.
9. Ishiwata H. Liquid chromatographic determination of melamine in beverages / H. Ishiwata, T. Inoue, T. Yamazaki [et al.] // *Journal of the Association of Official Analytical Chemists.* – 1987. – Vol. 70. – P. 457–460.
10. Chen K. Anhui. Province poisonous infant formula incident / K. Anhui. Chen // *Public health security.* – 2007. – Vol. 233. – P. 729 – 737.
11. U.S. Food and Drug Administration (FDA) Interim Safety and Risk Assessment of Melamine and its Analogues in Food for Humans (3 October 2008), <http://www.cfsan.fda.gov/~dms/melamra3.html>, 2008.
12. Liu Yu. Recent developments in the detection of melamine / Yu. Liu, Ewen E. D. Todd, Q. Zhang [et al.] // *Journal of Zhejiang University-Science B (Biomedicine and Biotechnology).* – 2012. – Vol. 13, N 7. – P. 525 – 532.
13. Muniz-Valencia R. Method development and validation for melamine and its derivatives in rise concentrates by liquid chromatography. Application to animal feed samples / R. Muniz-Valencia, S. G. Ceballos-Magana, D. Rosales-Martinez [et al.] // *Analytical Bioanalytical Chemistry.* – 2009. – Vol. 392. – P. 523–531.
14. Sun H. A sensitive and validated for determination of melamine residue in liquid milk by reversed phase high-performance liquid chromatography with solid-phase extraction / H. Sun, L. Wang, L. Ai [et al.] // *Food Control.* – 2009. – doi: 10.1016/j.foodcont.2009.10.008.
15. Wu Yu-Tse. Determination of melamine in rat plasma, liver, kidney, spleen, bladder and brain by liquid chromatography-tandem mass spectrometry / Yu-Tse. Wu, Chih.-Min. Huang, Chia.-Chun. Lin [et al.] // *Journal of Chromatography A.* – 2009. – Vol. 1216. – P. 7595–7601.
16. Xu X. Direct determination of melamine in dairy products by gas chromatography/mass spectrometry with coupled column separation / X. Xu, Zhu Y., Cai Z. [et al.] // *Analytica Chimica Acta.* – 2009. – Vol. 650. – P. 39–43.
17. Kim B. Determination of melamine in pet food by enzyme immunoassay, high-performance liquid chromatography with diode array detection, and ultra-performance liquid-chromatography with tandem mass spectrometry / B. Kim, B. L. Perkins, J. R. Bushway // *Journal of AOAC International.* – 2008. – Vol. 91, N 2. – P. 408–413.

18. Klampfl C.W. Analysis of melamine in milk powder by CZE using UV detection and hyphenation with ESI quadrupol/TOF MS detection / C.W. Klampfl, L. Andersen, M. Haunschmidt [et al.] // *Electrophoresis*. – 2009. – Vol. 30. – P. 1–4.
19. Yan N. Determination of melamine in milk products, fish feed, and fish by capillary zone electrophoresis with diode array detection / N. Yan, L. Zhou, X. Chen // *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. – 2009. – Vol. 57, N 3. – P. 807–811.
20. Cao Q. Electrochemical determination of melamine using oligonucleotides modified gold electrodes / Q. Cao, H. Zhao, L. Zeng [et al.] // *Talanta*. – 2009. – Vol. 80. – P. 484–488.
21. Волнянська О. В. Визначення меламіну і продуктів його деструкції в субстанції та харчових продуктах електрохімічними методами / О. В. Волнянська, О. В. Лабяк, В. І. Ткач // *Методи и объекты хим. анализа*. – 2013. – Т. 8, N 1. – С. 38–47.
22. Yu J. Highly selective molecular recognition and high throughput detection of melamine based on molecularly imprinted sol-gel film / J. Yu, C. Zhang, P. Dai [et al.] // *Anal. Chim. Acta*. – 2009. – Vol. 607. – P. 160–167.
23. Rima J. New spectrophotometric method for quantitative determination of melamine using Mannich reaction / J. Rima, M. Abourida, T. Xu [et al.] // *J. Food Composition and Analysis*. – 2009. – Vol. 22. – P. 689–693.
24. Liu Y. Spectrophotometric determination of melamine in milk by rank annihilation factor analysis based on pH gradual change-UV spectral data / Y. Liu, J. Deng, L. An [et al.] // *Food Chemistry*. – 2011. – Vol. 126. – P. 745–760.
25. Zaporozhets O. Determination of Ag(I), Hg(II) and Pb(II) by using silica gel loaded with dithizone and zink dithizonate / O. Zaporozhets, N. Petrunicock, V. Sukhan // *Talanta*. – 1999. – Vol. 50. – P. 865–873.
26. Liang R. Potentiometric sensor based on molecularly imprinting polymer for determination of melamine in milk / R. Liang, R. Zhang, W. Qin // *Sensor and Actuators B*. – 2009. – Vol. 141. – P. 544–550.
27. Айлер Р. Химия кремнезема. Т. 2. Пер. с англ. / Р. Айлер – Москва, Мир, 1982. – 712 с.

Одержано редакцією 14.01.2014

Прийнято до публікації 27.01.2014

Аннотация. Смык Н. И. Комбинированный сорбционно-спектрофотометрический метод определения меламина. *Собраны и проанализированы данные относительно применения меламина в промышленности. Освещены возможные пути загрязнения меламином продуктов питания, приведены данные относительно возможных причин его вредного воздействия на организм млекопитающих вообще и человека в частности. Проанализированы результаты применения современных физико-химических методов при определении меламина в продуктах питания. Наиболее чувствительные и селективные хроматографические методы с тандемным масс-детектором требуют применения дорогой аппаратуры, высококвалифицированного персонала и проведения длительной пробоподготовки. Более дешевые и экспрессные методы, капиллярный зонный электрофорез, вольтамперометрия, ионометрия, хемилюминесценция, также не могут применяться в большинстве обычных лабораторий из-за недостаточной чувствительности или необходимости применения специфического оборудования. Показана перспективность применения комбинированных сорбционно-спектрофотометрических и визуальных тест-методов для экспрессного, чувствительного и селективного определения и полуколичественного скрининга меламина в различных объектах. Выбраны оптимальные условия сорбционного концентрирования меламина из водных растворов на поверхности кремнеземного сорбента. Разработана методика определения по измерению собственного поглощения иммобилизованного меламина в интервале его концентрации 0.02–9.8 мкмоль/л. Для улучшения избирательности метода предложено обрабатывать кремнезем после сорбции меламина раствором анионного красителя.*

Ключевые слова: меламин, сорбционно-спектрофотометрический метод, визуальный тест-метод, продукты питания, меламин-формальдегидная смола.

Summary. Smyk N. I. Combined spectrophotometric method for determination of melamine. *Data on the use of melamine in the industry were collected and analyzed. The possible ways of food and feed contaminating with melamine were highlighted. The available information about the negative impact of melamine on the health of mammals, including people, was collected. Pharmacological study in animals indicated that melamine alone was of low toxicity. However, the coexistence of melamine and its hydrogen-bonded partners uric acid and cyanuric acid may trigger renal injury by formation of insoluble complexes through hydrogen bonds between these molecules. Ingestion of melamine may lead to reproductive damage, or bladder or kidney stones, which can lead to bladder cancer.*

The results of the application of modern physico-chemical methods for the determination of melamine in feeds, milks, meats, eggs, animal tissues, etc. were collected. The most sensitive and selective are gas chromatography-mass chromatography and liquid chromatography – tandem mass chromatography. Unfortunately, these methods require the use of expensive equipment, highly trained personnel and carrying out long-term sample preparation. Methods based on immunoaffinity extraction are very selective but expensive and not suitable for harsh environments. Cheaper and more express methods: capillary zone electrophoresis, voltammetry, ionometry, chemiluminescence, etc., are also required specific equipment and are inconvenient for using in most conventional laboratories. As economical, rapid and selective melamine detection methods are needed, the hyphenated sorption-spectrophotometric and visual test methods seem to be perspective candidates.

The presented work are devoted to election the optimal conditions of sorption concentration of melamine from aqueous solutions on the silica surface. The sorption-spectrophotometric method of 0.02– 9.8 $\mu\text{mol/l}$ melamine determination was developed based on these experiments. To improve the selectivity of the method proposed silica with melamine adsorbed was treated with solution of anionic dye.

Keywords: *melamine, sorption-spectroscopic method, visual test-method, food, melamine resins.*