

<b>Zeitschrift:</b>	Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène
<b>Herausgeber:</b>	Bundesamt für Gesundheit
<b>Band:</b>	74 (1983)
<b>Heft:</b>	1
<b>Artikel:</b>	Nachweis von 2,4,6-Triamino-1,3,5-triazin (Melamin) in Kartoffelproteinen = Determination of 2,4,6-Triamino-1,3,5-triazine (Melamine) in potatoe proteins
<b>Autor:</b>	Bisaz, R. / Kummer, A.
<b>DOI:</b>	<a href="https://doi.org/10.5169/seals-983000">https://doi.org/10.5169/seals-983000</a>

### **Nutzungsbedingungen**

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. [Mehr erfahren](#)

### **Conditions d'utilisation**

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. [En savoir plus](#)

### **Terms of use**

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. [Find out more](#)

**Download PDF:** 25.01.2026

**ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, <https://www.e-periodica.ch>**

## Nachweis von 2,4,6-Triamino-1,3,5-triazin (Melamin) in Kartoffelproteinen

Determination of 2,4,6-Triamino-1,3,5-triazine (Melamine) in Potatoe Proteins

R. Bisaz und A. Kummer  
Eidg. Oberzolldirektion, Bern

### Einleitung

Der Wert eines Futtermittels ist meistens durch dessen Proteingehalt gegeben. Dieser wird üblicherweise durch Ermittlung des Stickstoffgehaltes nach Kjeldahl, multipliziert mit 6,25\*, bestimmt. Durch diese Methode werden aber auch alle NPN-Stoffe (NPN = nichtproteinischer Stickstoff) miterfaßt, deren Stickstoff unter Kjeldahlbedingung in die Ammoniakform übergeführt werden kann, wie einige in Tabelle 1 angegebene Beispiele zeigen.

Tabelle 1. Bekannte Verfälschungsmittel

	Summenformel	Stickstoffgehalt %	Vorgetäuschter «Protein»-Gehalt (N x 6,25) %
Harnstoff	CH <sub>4</sub> N <sub>2</sub> O	46,7	291,7
Biuret	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> N <sub>3</sub> O <sub>2</sub>	40,7	254,4
Triuret	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> N <sub>4</sub> O <sub>3</sub>	38,3	239,5
Cyanursäure	C <sub>3</sub> H <sub>3</sub> N <sub>3</sub> O <sub>3</sub>	32,5	203,4

Die Erfassung solcher Zusätze ist von Bedeutung, da diese Stoffe ernährungsphysiologisch minderwertig sind und durch ihre Anwesenheit zu hohe Proteingehalte vorgetäuscht werden. Neben den in Tabelle 1 erwähnten Verfälschungsmitteln wurde neuerdings auch Melamin in Fischmehlen angetroffen (1, 2). Melamin enthält 66,6% Stickstoff und täuscht somit bei der Proteinbestimmung nach Kjeldahl (N x 6,25) 416% Protein vor. So bewirkt z. B ein Zusatz von 1% Melamin eine Erhöhung des Rohproteingehaltes um 4,16%.

\* Umrechnungsfaktor N → Protein

Zur Analytik von Melamin wurde von *Stokes* und *Schwartz* (3) eine gaschromatographische Bestimmungsmethode ausgearbeitet, die nach Derivatisierung der s-Triazine mit N-Methyl-N-trimethylsilyltrifluor-acetamid die Bestimmung von Melamin im Nanogrammbereich gestattet. *Beilstein* et al. (4) bestimmten s-Triazine mit Hilfe der Hochdruckflüssigchromatographie unter Verwendung einer Reversed-phase-Kolonne und Gradientenelution bei 2°C.

Nachfolgend wird eine Methode angegeben, mit welcher eine Verfälschung von Futtermitteln mit Melamin nachgewiesen werden kann und eine einfache HPLC-Bestimmungsmethode vorgestellt, die eine rasche quantitative Erfassung von Melamin in Kartoffelproteinen erlaubt.

## Experimenteller Teil

### Prinzip

Das Vorhandensein von NPN-Stoffen kann anhand der großen Differenz zwischen den Roheiweiß- und des Reineiweißgehaltes sowie des zu hohen Stickstoffgehaltes des Wasserextraktes bewiesen werden.

Zur Identifizierung des Melamins wurde der Trockenrückstand des Wasserextraktes sublimiert und das Sublimat umkristallisiert. Die Identifikation erfolgte mit Hilfe der Infrarotspektroskopie sowie der Elementaranalyse.

Zur quantitativen Bestimmung wurde das Melamin aus dem Untersuchungsmaterial mit 0,005 n Schwefelsäure herausgelöst und die Lösung mit Hochdruck-Flüssigkeitschromatographie analysiert. Die Detektion erfolgte mit einem UV-Detektor, die Auswertung mittels eines Integrators.

### Ausführung der Bestimmungen

#### Bestimmung des Proteingehaltes des Wasserextraktes

Ca. 10 g Untersuchungsmaterial werden in einem 250-ml-Becherglas genau eingewogen, mit 70 ml Wasser versetzt, aufgekocht und heiß filtriert. Der Rückstand wird dreimal mit je 40 ml heißem Wasser gewaschen.

Das Filtrat wird in einem 200-ml-Meßkolben gesammelt und mit Wasser aufgefüllt. Davon werden 20 ml in einem Kjeldahlkolben abpipettiert, mit 10 ml konzentrierter Schwefelsäure und 3 g Katalysator versetzt, verascht und destilliert, wie es in der Methode 22B/11 des Schweizerischen Lebensmittelbuches beschrieben ist.

100 ml des Filtrates werden in Portionen à 20 ml in ein tariertes Sublimationsrohr am Rotationsverdampfer eingedampft, im Vakuumtrockenschränk bei 70 °C getrocknet und ausgewogen.

$$\text{Berechnung: Rohproteingehalt in \%} = \frac{4,3775 \cdot a \cdot f}{b}$$

$\alpha$  = Verbrauch an 0,1 n HCl, in ml

$f$  = Faktor der 0,1 n HCl

$b$  = Trockenrückstand von 100 ml Wasserextrakt, in g.

### *Identifikation*

Das Melamin wird aus dem getrockneten Wasserextrakt bei einer Ölbadtemperatur von 250 °C und bei einem Vakuum unter 1 Torr sublimiert. Das Sublimat wird mit möglichst wenig heißem Eisessig vom Kühler gewaschen. Das beim Abkühlen auskristallisierte Melamin wird abgenutscht, mit kaltem Eisessig gewaschen und während 12 Stunden im Vakuumtrockenschränk bei 100 °C getrocknet.

Die Identifikation erfolgte durch Aufnahme von IR-Spektren und Bestimmung des C-, H- und N-Gehaltes mittels Elementaranalyse.

### *Quantitative Bestimmung*

#### *Apparate*

Pumpe:	Tracor 950
Einspritzventil:	Rheodyne 7125
Trennsäule:	Silica Gel Si 100; 5 µm; 250 x 4,6 mm (Serva, D-6900 Heidelberg)
Detektor:	UV-LC, Pye Unicam
Integrator:	Perkin-Elmer, M 2

#### *Elutionsmittel*

0,005 n Schwefelsäure

#### *Standardlösungen*

Das käufliche Melamin (2,4,6-Triamino-1,3,5-triazin, Merck, Art. 808614) wird in 0,005 n Schwefelsäure gelöst. Stammlösungen: 2–10 mg/100 ml.

#### *Arbeitsvorschrift*

200 mg Untersuchungsmaterial werden in einem 100-ml-Meßkolben genau eingewogen, mit ca. 70 ml 0,005 n Schwefelsäure versetzt und 20 Minuten unter gelegentlichem Schütteln in einem Wasserbad bei 40 °C gehalten. Nach dem Auffüllen mit 0,005 n Schwefelsäure wird die Lösung filtriert und das Filtrat für die Einspritzung auf die HPLC-Säule verwendet.

#### *Trennbedingungen*

Durchflußgeschwindigkeit: 1,5 ml/min

Temperatur: Raumtemperatur

UV-Detektor-Wellenlänge: 236 nm

Einspritzmenge: 20 µl

Retentionszeit: 230 s

## Berechnung

Die Berechnung erfolgt mit Hilfe eines externen Standards.

$$\text{Melamingehalt in \%} = \frac{A_p \cdot C_s}{A_s \cdot E} \cdot 100$$

wobei  $A_p$  = Meßwert der Probelösung (Peakfläche)

$A_s$  = Meßwert der Standardlösung

$C_s$  = Konzentration der Standardlösung in mg/100 ml

$E$  = Einwaage in mg

## Bemerkungen

Abbildung 1 zeigt das Chromatogramm eines mit Melamin verfälschten Kartoffelproteins. Die Chromatogramme von unverfälschten Kartoffelproteinen weisen keine Signale auf.

Mit der vorgestellten Analysenmethode, aber mit einer Detektion bei 200 nm, kann Melamin von Cyanursäure, welche ebenfalls ein mögliches Verfälschungsmittel darstellt (vgl. Tabelle 1) getrennt werden (vgl. Abbildung 2).

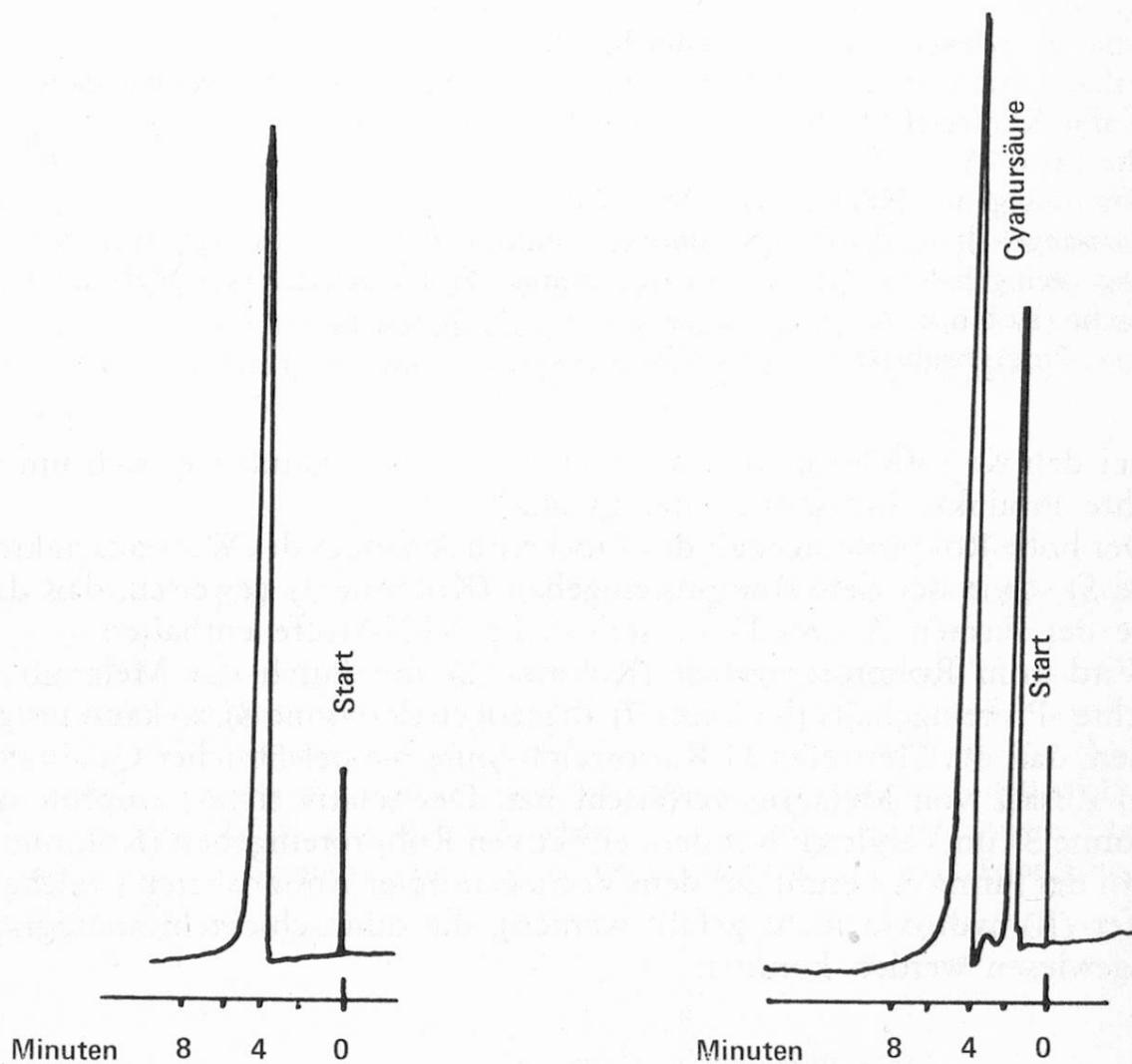


Abb. 1. Chromatogramm eines mit Melamin verfälschten Kartoffelproteins

Abb. 2. Trennung von Melamin und Cyanursäure

## Resultate

*Tabelle 2.* Analysenresultate von Kartoffelproteinen

1 Her- steller	2 Rohprotein in der TS* (N x 6,25) <sup>1</sup> %	3 Reineweiß in der TS* (N x 6,25) <sup>2</sup> %	4 Trocken- rückstand des Wasser- extraktes <sup>3</sup> %	5 Rohprotein des Trocken- rückstandes des Wasser- extraktes <sup>3</sup> %	6 Melamin- gehalt in der TS <sup>4</sup> %	7 «Protein- gehalt» von Melamin vor- getäuscht <sup>5</sup> %	8 Effektiver Rohprotein- gehalt in der TS <sup>6</sup> %
A	94,7	76,6	9,6	144,7	2,7	11,2	83,5
A	96,6	69,7	23,3	121,6	5,2	21,6	75,0
B	85,4	83,4	4,0	35,6	0	0	85,4
C	82,8	80,1	6,0	34,3	0	0	82,8
D	94,0	80,5	10,3	169,5	2,8	11,6	82,3
D	92,9	81,4	8,2	162,8	2,5	10,5	82,4

<sup>1</sup> Methode: Schweiz. Lebensmittelbuch, 22B/11

<sup>2</sup> Methode: Schweiz. Lebensmittelbuch, Band 1, 522 (1964). Es werden dabei nur die mit Kupfer-(II)-hydroxid fällbaren Proteine erfaßt.

<sup>3</sup> siehe Seite 75

<sup>4</sup> Bestimmung mit HPLC; siehe Seite 76

<sup>5</sup> Melamingehalt in der TS (Kolonne 6) multipliziert mit 4,16 (vgl. auch Seite 74)

<sup>6</sup> Rohproteingehalt in TS (Kolonne 2) minus «Proteingehalt» von Melamin vorge-  
täuscht (Kolonne 7)

\* TS = Trockensubstanz

Bei den Kartoffelproteinen der Firmen B und C handelt es sich um unver-  
fälschte Produkte handelsüblicher Qualität.

Der hohe Rohproteingehalt des Trockenrückstandes des Wasserextraktes (Ko-  
lonne 5) sowie der tiefe Reinproteingehalt (Kolonne 3) beweisen, daß die Pro-  
dukte der Firmen A und D wasserlösliche NPN-Stoffe enthalten.

Wird vom Rohproteingehalt (Kolonne 2) der durch das Melamin vorge-  
täuschte «Proteingehalt» (Kolonne 7) abgezogen (Kolonne 8), so kann festgestellt  
werden, daß der Hersteller D Kartoffelproteine handelsüblicher Qualität durch  
einen Zusatz von Melamin verfälscht hat. Der relativ tiefe Reinproteingehalt  
(Kolonne 3) im Vergleich mit dem effektiven Rohproteingehalt (Kolonne 8) der  
Waren der Firma A beruht auf dem Vorliegen freier Aminosäuren (welche durch  
Kupfer-(II)-hydroxid nicht gefällt werden), die dünnenschichtchromatographisch  
nachgewiesen werden konnten.

### Dank

Herrn *D. Schöni* danken wir für seine Mitarbeit bei den praktischen Arbeiten.

## Zusammenfassung

Es wird eine Methode zur Bestimmung von Melamin (Proteinverfälschungsmittel) in Kartoffelproteinen beschrieben. Das Melamin wird aus dem Untersuchungsmaterial mit heißem Wasser extrahiert. Der Wasserextrakt wird eingedampft und einer Sublimation unterworfen. Das sublimierte Melamin wird aus Eisessig umkristallisiert und kann durch IR-Diagramme, Bestimmung der C-, H- und N-Gehalte identifiziert werden. Die quantitative Bestimmung erfolgt mittels Hochdruckflüssigkeitschromatographie mit spektralphotometrischer Detektion eines schwach sauren, wässerigen Extraktes.

## Résumé

Une méthode est décrite, permettant de déterminer la mélamine (additionnée afin de fausser l'analyse des protéines) dans des protéines de pommes de terre. La mélamine est extraite du produit à l'eau chaude. L'extrait aqueux est évaporé et le résidu soumis à sublimation. La mélamine sublimée est recristallisée dans l'acide acétique concentré et identifiée par spectroscopie IR ainsi que par l'analyse élémentaire (C, H, N). La détermination quantitative est faite par HPLC avec détection spectrophotométrique sur un extrait aqueux légèrement acide.

## Summary

A method for determination of melamine (substance for falsification of proteins) in potatoe proteins is described. The melamine is extracted from the product with hot water. The water extract is evaporated and the residue sublimated. The sublimated melamine is recrystallised in conc. acetic acid and identified by means of IR-spectroscopy and ultimate analysis (C, H, N). The quantitative determination can be achieved by HPLC with spectrophotometrical detection of a slightly acidic water extract.

## Literatur

1. *Cattaneo, P. e Cantoni, C.*: Presenza di melammina in farina di pesce. *Tecnica molitoria* 17–18 (1982).
2. *Cattaneo, P. e Cantoni, C.*: Determinazione della melammina aggiunta alle farine di origine animale. *Technica molitoria* 371–374 (1979).
3. *Stoks, P. G. and Schwartz, A. W.*: Determination of s-triazine derivatives at the nanogram level by gas-liquid chromatography. *J. Chromatogr.* **168**, 455–460 (1979).
4. *Beilstein, P., Cook, A. M. and Hüttner, R.*: Determination of seventeen s-triazine herbicides and derivatives by high-pressure liquid chromatography. *J. Agric. Food Chem.* **29**, 1132–1135 (1981).

Dr. R. Bisaz

Dr. A. Kummer

Eidg. Oberzolldirektion

Monbijoustraße 40

CH-3003 Bern