

**МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ ДЛЯ БИОТЕХНОЛОГИИ.  
ИНТЕРПРЕТАЦИЯ ДАННЫХ, МЕТОДОЛОГИЯ, ПРИМЕНЕНИЕ**

УДК 543.544.5.068.7: 615.2/3: 611.018.54

© А. В. Новиков, Р. А. Бубляев, А. В. Манойлов,  
Н. В. Краснов, О. А. Миргородская

**АНАЛИЗ МЕЛАМИНА В МОЛОЧНЫХ ПРОДУКТАХ  
С ПОМОЩЬЮ ПРИБОРНОГО КОМПЛЕКСА МХ-5310**

С помощью приборного комплекса МХ-5310 разработан подход для количественного определения меламина в молочных продуктах. В качестве стандарта был использован трис(гидроксиметил)аминометан. Для указанного прибора построена калибровочная кривая, позволяющая определять концентрацию меламина в молочных продуктах.

**ВВЕДЕНИЕ**

Одной из важных задач современной аналитической химии является контроль компонентного состава продуктов питания. В настоящее время в связи с ростом требований к качеству продуктов питания возникла необходимость в создании аналитического комплекса, позволяющего проводить качественный и количественный анализы на микро- и наноуровне. Одним из примеров актуальности данной проблемы служит недавнее выявление меламина, который является вредным для человека, в молочных продуктах, произведенных в Китае.

Меламин (см. рис. 1) является одним из полупродуктов, получаемых в производстве пластмасс. Отличительной чертой этого соединения является наличие в нем шести молекул азота. На молочном производстве продукты, содержащие белки, проверяют на наличие в них азота. Поэтому китайские производители добавляли меламин в свою про-

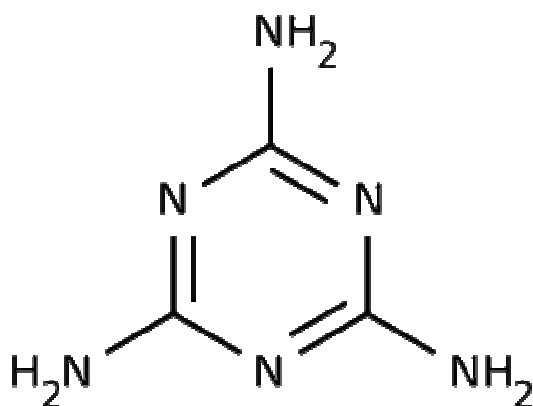


Рис. 1. Структурная формула меламина

дукцию, чтобы имитировать высокое содержание белка. Российская санитарная служба издала дополнение к санитарно-эпидемиологическим правилам и нормативам, запрещающее изготовление и продажу продуктов питания, содержащих меламин [1].

Наиболее распространенные в настоящее время аналитические методы контроля продуктов питания либо не позволяют провести определение меламина в молоке, либо требуют сложной пробоподготовки и дорогих расходных материалов [2]. В настоящей работе развит метод, предложенный в работе [3]. Усовершенствованная методика позволяет проводить количественный и качественный анализы меламина в молочных продуктах с использованием ESI-MS.

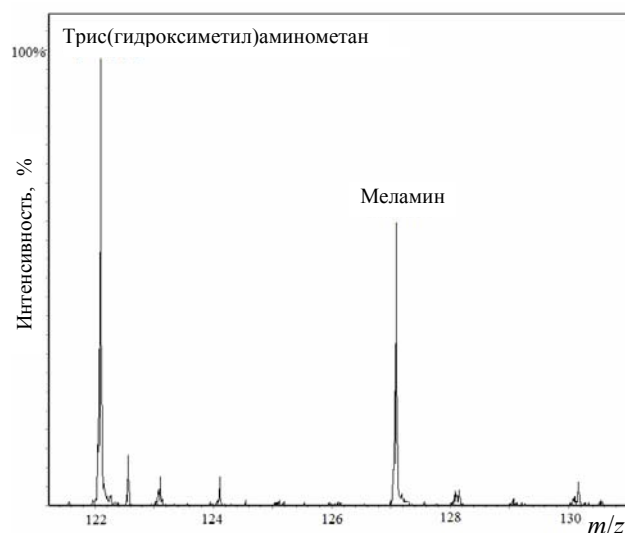


Рис. 2. Фрагмент масс-спектра смеси трис(гидроксиметил)аминометана и меламина в соотношении 1:3 (1 и 3 пикомоль соответственно)

### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

В качестве стандарта использовали трис(гидроксиметил)аминометан, имеющий близкую к меламина массу (рис. 2).

В раствор вносили заранее известное количество меламина и трис(гидроксиметил)аминометана в разных соотношениях. Результаты оценивали по интенсивности полученных сигналов, соотнося между собой интенсивности трис(гидроксиметил)аминометана и меламина с варьирующей концентрацией.

На рис. 3 представлены данные, показывающие зависимость между молярным соотношением компонентов смеси и отношением интенсивности полученных сигналов.

Полученный калибровочный график можно применять для количественной оценки содержания меламина в молочных продуктах. Следует, однако, отметить, что данный график характерен для прибора МХ-5310. Для других аналогичных приборов следует произвести собственную калибровку, поскольку процесс ионообразования зависит от конструкции и настроек распылительного интерфейса.

С целью осаждения белков и получения молочной сыворотки в молоко добавляли ацетонитрил в соотношении 1 : 10. Далее полученный раствор центрифугировали, надосадочную жидкость использовали для дальнейших экспериментов.

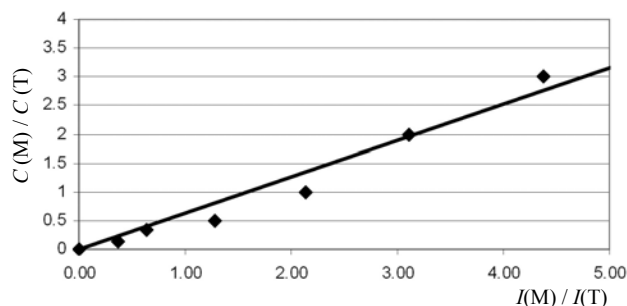


Рис. 3. Зависимости между относительными концентрациями и относительными интенсивностями сигнала для меламина (М) и трис(гидроксиметил)аминометана (Т)

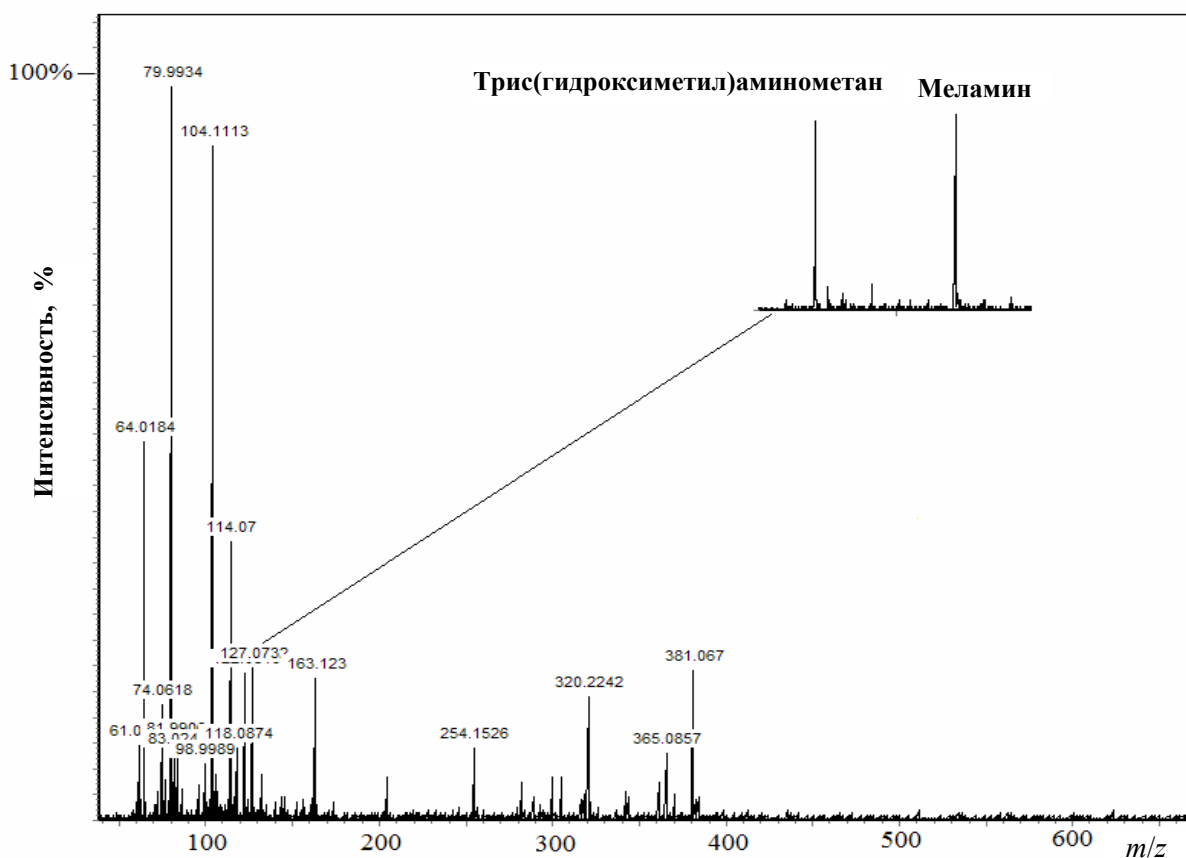


Рис. 4. Масс-спектр смеси супернатанта молока, меламина и трис(гидроксиметил)аминометана

К полученному супернатанту добавляли смесь трис(гидроксиметил)аминометана и меламина (рис. 4). Используя калибровочный график, определяли концентрацию меламина, добавленного в молочную сыворотку, которая составила  $6.5 \cdot 10^{-6}$  М. Погрешность определения составила менее 10 %.

Таким образом, была показана возможность использования масс-спектрометра МХ-5310 для выявления и определения количества меламина в таких сложных объектах, как молочные продукты. Кроме того, эксперименты показали, что предел обнаружения меламина на МХ-5310 составил  $10^{-8}$  М.

#### МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

В работе были использованы вещества: меламин (любезно предоставленный профессором СПГЛТА Крутовым Степаном Минаевичем), трис(гидроксиметил)аминометан (Serva), муравьиная кислота (Merck), ацетонитрил (НПК "Криохром").

Экспериментальные работы проводились на приборе МХ-5310, оборудованном электрораспылительным источником ионов (electrospray ionization, ESI) и времяпролетным масс-анализатором (TOF) с ортогональным вводом ионов, разработанным в Лаборатории биомедицинской масс-спектрометрии ИАиП РАН. Все спектры получены в режиме детектирования положительных ионов.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. СанПиН 2.3.2.2421-08 "Дополнение № 11 к санитарно-эпидемиологическим правилам и нормативам СанПиН 2.3.2.1078-01 "Гигиенические требования безопасности и пищевой ценности пищевых продуктов". ([www.rospotrebnadzor.ru/docs/decision/](http://www.rospotrebnadzor.ru/docs/decision/)).
2. Turnipseed Sh., Casey Ch., Nochetto Cr., Heller D.N. Determination of Melamine and Cyanuric Acid Residues in Infant Formula using LC-MS/MS // Laboratory Information Bulletin (LIB). 2008. V. 4421, N 24. ([www.cfsan.fda.gov/~frf/lib4421.html](http://www.cfsan.fda.gov/~frf/lib4421.html)).
3. Подольская Е.П., Новиков А.В., Миргородская О.А. Масс-спектрометрическое определение концентрационных соотношений галогенмодифицированных 2'-дезоксинуридинов // Научное приборостроение. 2004. Т. 14, № 2. С. 116–120.

*Институт аналитического приборостроения РАН,  
Санкт-Петербург*

Материал поступил в редакцию 15.10.2008.

### MELAMINE ANALYSIS IN MILK PRODUCTS USING MX-5310 COMPLEX

**A. V. Novikov, R. A. Bublyayev, A. V. Manoilov, N. V. Krasnov, O. A. Mirgorodskaya**

*Institute for Analytical Instrumentation RAS, Saint-Petersburg*

Using MX-5310 complex a method for quantitative evaluation of melamine content in milk products was developed. Tris-buffer was used as a standard. Caliber curve was developed for the device. It allows to determine melamine content in milk products.