

УДК: 547.874.14:637.14.07

DOI: 10.52419/issn2072-2419.2024.2.166

## ИЗУЧЕНИЕ СПЕКТРАЛЬНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК МЕЛАМИНА ДЛЯ ОЦЕНКИ БЕЗОПАСНОСТИ МОЛОКА И ПРОДУКТОВ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ ПРИ ЛАБОРАТОРНОМ КОНТРОЛЕ

**Калюжная Т.В.\*** – канд. ветеринар. наук, доц. каф. ветеринарно-санитарной экспертизы, доцент (ORCID 0000-0002-8682-1840); **Дрозд А.В.** – канд. ветеринар. наук, асс. каф. физической культуры и основ военной подготовки (ORCID 0000-0002-4575-7213).

ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский государственный университет  
ветеринарной медицины»

\*tomagfk087@mail.ru

**Ключевые слова:** спектральные характеристики, меламина, инфракрасный спектр, безопасность молока, фальсификация.

**Keywords:** spectral characteristics, melamine, infrared spectrum, milk safety, falsification.

**Финансирование:** Работа выполнена при поддержке Министерства сельского хозяйства Российской Федерации в рамках государственного задания за счет средств федерального бюджета (соглашение №082-03-2024-253 от 26.01.2024).

Поступила: 13.05.2024

Принята к публикации: 10.06.2024

Опубликована онлайн: 28.06.2024



### РЕФЕРАТ

Существующие методы определения меламина в молоке и продуктах его переработки трудоемки при воспроизведении, требуют специального оборудования, обучения персонала для работы на этом оборудовании, применение химических реактивов и вспомогательного оборудования, зачастую дорогостоящего. Отдельным направлением в анализе пищевых продуктов выделяют спектроскопию в среднем инфракрасном диапазоне, применяемую для идентификации веществ. Целью работы являлась регистрация и анализ инфракрасных спектров стандартного образца меламина в среднем спектральном диапазоне с помощью приставки НПВО, разборной жидкостной кюветы и вазелина, а также в таблетках с КВг. Исследования проводили поэтапно на базе учебно-исследовательского центра экспертизы пищевых продуктов и кормов для животных ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургского государственного университета ветеринарной медицины» в 2024 году. В качестве материалов исследования использовали стандартный образец меламина. На первом этапе регистрировали спектры стандартного образца меламина с помощью Фурье-спектрометра инфракрасного «ИнфраЛюм ФТ-08» и приставки НПВО с кристаллом ZnSe. На следующем этапе снимали спектры стандартного образца меламина в вазелине с помощью разборной жидкостной кюветы, а затем меламина прессованного в таблетки с КВг. В результате проведенных исследований установили в ИК –

спектрах стандартного образца меламина наличие полос поглощения разной степени интенсивности, характеризующих различные типы колебаний связей NH и CN групп. При сравнении ИК – спектров меламина, полученных на разных этапах исследования, выявили снижение интенсивности регистрируемых полос поглощения в разных областях среднего спектрального диапазона при использовании жидкостной кюветы с вазелином и таблеток с KBr. Кроме того, установили что ИК – спектр меламина, полученный с помощью приставки НПВО, по интенсивности полос поглощения превосходил аналогичные спектры, снятый при использовании KBr – таблеток и жидкостной кюветы с вазелином.

#### ВВЕДЕНИЕ / INTRODUCTION

Одним из основных показателей, определяющих качество молока и его пищевую ценность, является содержание белка. В молочной промышленности возможна фальсификация белка молока с помощью добавление в него меламина, содержащего азот [1; 2]. Существующие методы определения меламина в молоке и продуктах его переработки, такие как высокоэффективная жидкостная хроматография, по Кьельдалю и другие трудоемки при воспроизведении, требуют специального оборудования, обучения персонала для работы на этом оборудовании, применение химических реактивов и вспомогательного оборудования, зачастую дорогостоящего [3; 4; 5].

Отдельным направлением в анализе пищевых продуктов выделяют спектроскопию в среднем инфракрасном диапазоне, применяемую для идентификации веществ, отличительной особенностью которой является образование спектров основными молекулярными колебаниями, тогда как ближний ИК-спектр сформирован линиями обертонов и комбинаций различных молекулярных колебаний, возникающих в среднем ИК-диапазоне.

По идентификации меламина с помощью ИК – спектрометрии в среднем диапазоне проведены исследования зарубежными и отечественными учеными на возможность выявления меламина только в сухом молоке. Практически не изучено применение ИК – спектрометрии в среднем диапазоне для выявления меламина в молоке-сырье. Поэтому изучение спектральных характеристик компонентов не молочного происхождения, таких как меламина, считаем актуальным.

Изучение спектральных характеристик меламина в среднем диапазоне позволит применить полученные спектральные данные в системе производственного и лабораторного контроля молока, молочных, молокосодержащих и молокосоставных продуктов на всех этапах товарооборота и обеспечить безопасность выпускаемой продукции.

Целью работы являлась регистрация и анализ инфракрасных спектров стандартного образца меламина в среднем спектральном диапазоне с помощью приставки НПВО, разборной жидкостной кюветы и вазелина, а также в таблетках с KBr.

#### МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ / MATERIALS AND METHODS

Исследования проводили на базе учебно-исследовательского центра экспертизы пищевых продуктов и кормов для животных ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургского государственного университета ветеринарной медицины» в 2024 году. В качестве материалов исследования использовали стандартный образец меламина (2,4,6-триамино-1,3,5-триазин) (ГК «ЛЮМЭКС»), массовая доля основного вещества, не менее 99%).

Исследования проводили поэтапно. На первом этапе регистрировали спектр фона рабочей среды в соответствии с правилами лабораторного анализа при работе с ИК-спектрометрами среднего спектрального диапазона, а затем регистрировали спектры стандартного образца меламина. Регистрацию спектров осуществляли с помощью Фурье-спектрометра инфракрасного «ИнфраЛюм ФТ-08» и приставки НПВО (нарушенного полного внутреннего отражения) с кристаллом ZnSe (ГК «ЛЮМЭКС»).

На следующем этапе снимали спектры стандартного образца меламина в вазелине с помощью разборной жидкостной кюветы, а затем меламина прессованного в таблетки с КВг.

Область регистрации спектра составляла  $4000-400\text{ см}^{-1}$ , число сканирований - 60, разрешение -  $4\text{ см}^{-1}$ .

Обработку результатов осуществляли в программе «СпектраЛЮМ» (ГК «ЛЮМЭКС»).

#### РЕЗУЛЬТАТЫ / RESULTS

Анализируя ИК – спектры стандартного образца меламина, установили наличие полос поглощения в областях спектра  $3467, 3417, 3323, 3122, 2362, 2333, 1646, 1624, 1527, 1464, 1432, 1169, 1021, 810, 763, 729, 607, 574$  и  $503\text{ см}^{-1}$  разной степени интенсивности.

Полосы поглощения при  $3467, 3417, 3323, 3122\text{ см}^{-1}$  характерны для колебаний связи N–H. Так, интенсивные резкие полосы при  $3323\text{ см}^{-1}$  и  $3122\text{ см}^{-1}$  образованы асимметричным и симметричным рас-

тяжениями группы  $\text{NH}_2$  соответственно, а в области  $3417\text{ см}^{-1}$  характеризует валентные колебания  $\text{NH}_2$  группы.

Полоса поглощения в области  $1646-1624\text{ см}^{-1}$  характерна для ножницевидного колебания свободной  $\text{NH}_2$  группы.

Характеризуя полосы поглощения характерные для связей CN группы установили их наличие в областях спектра от  $800$  до  $1470\text{ см}^{-1}$ . Так, интенсивный пик полосы в области  $810\text{ см}^{-1}$  указывает на наличии валентных связей C – N группы, а - в области  $1464-1432\text{ см}^{-1}$  характеризуют деформационные колебания группы C = N. Полоса в диапазоне  $1527\text{ см}^{-1}$  обусловлена растягиванием по триазину.

Полоса поглощения в областях  $1021\text{ см}^{-1}$  и  $1169\text{ см}^{-1}$  образована валентными колебаниями связи C – N.

Пики полос поглощения разной степени интенсивности в областях спектра  $763, 729, 607, 574$  и  $503\text{ см}^{-1}$  характерны для изгибающего типа колебаний ароматического кольца молекулы.



Рисунок 1 – ИК – спектр меламина (приставка НПВО).



Рисунок 2 – ИК – спектр меламина (вазелин).



Рисунок 3 – ИК – спектр меламина (таблетки с KBr).

Сравнивая ИК – спектры меламина, полученного с помощью приставки НПВО и жидкостной кюветы с вазелином, установили снижение интенсивности регистрируемых полос поглощения в разных областях среднего спектрального диапазона. Так, полосы в областях спектра 607, 574 и 503  $\text{cm}^{-1}$  образованные колебаниями ароматического кольца молекулы меламина, практически не выражены (рисунок 1 и 2).

Анализируя в сравнительном аспекте ИК – спектры меламина, полученные при помощи таблеток с KBr и аналогичные спектры, но регистрируемые с вазелином, отмечали в последних большую интенсивность полос поглощения по всему диапазону, а также выраженные пики в области спектра от 400 до 800  $\text{cm}^{-1}$  (рисунок 2 и 3).

ИК – спектр меламина, полученный с помощью приставки НПВО, по интенсивности полос поглощения превосходил ИК – спектр меламина, снятый при использовании с KBr – таблеток (рисунок 1 и 3).

#### ВЫВОДЫ / CONCLUSION

В результате проведенных исследований установили в ИК – спектрах стандартного образца меламина наличие полос поглощения разной степени интенсивности, характеризующих различные типы колебаний связей NH и CN групп.

При сравнении ИК – спектров меламина, полученных на разных этапах исследования, выявили снижение интенсивности регистрируемых полос поглощения в разных областях среднего спектрального диапазона при использовании жидкостной кюветы с вазелином и таблеток с

KBr. Кроме того, установили что ИК – спектр меламина, полученный с помощью приставки НПВО, по интенсивности полос поглощения превосходил аналогичные спектры, снятый при использовании KBr – таблеток и жидкостной кюветы с вазелином.

#### STUDY OF THE SPECTRAL CHARACTERISTICS OF MELAMINE TO ASSESS THE SAFETY OF MILK AND ITS PROCESSED PRODUCTS DURING LABORATORY CONTROL

**Kalyuzhnaya T.V.\*** – Candidate of Veterinary Sciences, Associate Professor of the Department of Veterinary and Sanitary Expertise (ORCID 0000-0002-8682-1840);  
**Drozd A.V.** – Candidate of Veterinary Sciences, Assistant of the Department of Physical Culture and Fundamentals of Military Training (ORCID 0000-0002-4575-7213).

St. Petersburg State University of Veterinary Medicine

\*tomagafk087@mail.ru

**Financing:** The work was carried out with the support of the Ministry of Agriculture of the Russian Federation within the framework of the state task at the expense of the federal budget (Agreement No. 082-03-2024-253 dated 01/26/2024)

#### ABSTRACT

Existing methods for the determination of melamine in milk and its processed products are time-consuming to reproduce, require special equipment, training of personnel to work on this equipment, the use of

chemical reagents and auxiliary equipment, often expensive. A separate area in the analysis of food products is spectroscopy in the middle infrared range, used to identify substances. The aim of the work was to record and analyze the infrared spectra of a standard sample of melamine in the middle spectral range using an NSAID prefix, a collapsible liquid cuvette and vaseline, as well as in tablets with KBr. The research was carried out in stages on the basis of the educational and research center for the examination of food and Animal Feed of the St. Petersburg State University of Veterinary Medicine in 2024. A standard sample of melamine was used as the research materials. At the first stage, the spectra of a standard sample of melamine were recorded using an infrared Fourier spectrometer "InfraLUM FT-08" and an NPVO prefix with a ZnSe crystal. At the next stage, the spectra of a standard sample of melamine in petroleum jelly were taken using a collapsible liquid cuvette, and then melamine pressed into tablets with KBr. As a result of the conducted studies, the presence of absorption bands of varying degrees of intensity in the IR spectra of the standard melamine sample was established, characterizing various types of fluctuations in the bonds of NH and CH groups. When comparing the IR spectra of melamine obtained at different stages of the study, a decrease in the intensity of the recorded absorption bands in different regions of the middle spectral range was revealed when using a liquid cuvette with vaseline and tablets with KBr. In addition, it was found that the IR spectrum of melamine obtained using the NSAID prefix exceeded the intensity of the absorption bands of similar spectra taken using KBr tablets and a liquid cuvette with vaseline.

#### СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Изучение показателей качества сыров, фальсифицированных компонентами немолочного происхождения / Д. А. Орлова, Т. В. Калужная, А. С. Смолькина [и др.] // Международный вестник ветеринарии. – 2018. – № 2. – С. 82-86. Режим до-

ступа: <https://www.elibrary.ru/item.asp?id=35174098>

2. Куликов, Н. В. К вопросу о проблеме фальсификации на рынке молока и молочных продуктов и методах ее идентификации / Н. В. Куликов, Ю. Ю. Забалуева // Товароведение, технология и перспектива: инновационные решения и перспективы развития: Материалы III национальной научно-практической конференции, Москва, 02 июня 2022 года. – Москва: Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московская государственная академия ветеринарной медицины и биотехнологии - МВА имени К.И. Скрябина», 2022. – С. 178-185. Режим доступа: <https://www.elibrary.ru/item.asp?edn=xegwcy&ysclid=lw51kwq079922731222>

3. Высокочувствительное определение меламина в молоке электрохимическим датчиком MIL-101/Au-НЧ/ХТЗ-ПВП-ВОГ/СУЭ / Руичи Чжао, Ш. Сун, В. Хао [и др.] // Электрохимия. – 2019. – Т. 55, № 7. – С. 841-853. – DOI 10.1134/S0424857019070041. Режим доступа: <https://www.elibrary.ru/item.asp?id=38255390&ysclid=lw51m8qkrh957779203>

4. Касымакунова, А. М. Определение меламина в сухих молочных продуктах с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии / А. М. Касымакунова // Известия Национальной Академии наук Кыргызской Республики. – 2018. – № 5. – С. 178-184. Режим доступа: <https://www.elibrary.ru/item.asp?id=36964125&ysclid=lw51np8d9998956878>

5. Бурмагина, Т. Ю. Сравнительная оценка современных методов исследования белковых веществ в молочных продуктах / Т. Ю. Бурмагина, И. С. Полянская // Аллея науки. – 2018. – Т. 5, № 10(26). – С. 572-577. Режим доступа: <https://www.elibrary.ru/item.asp?edn=ysnzad&ysclid=lw51ostvx8171301842>

#### REFERENCES

1. The study of quality indicators of cheeses adulterated with components of non-dairy

- origin / D. A. Orlova, T. V. Kalyuzhnaya, A. S. Smolkina [et al.] // International Bulletin of Veterinary Medicine. 2018:2:82-86. URL: <https://www.elibrary.ru/item.asp?id=35174098> (In Russ.)
2. Kulikov, N. V. On the issue of the problem of falsification in the market of milk and dairy products and methods of its identification / N. V. Kulikov, Yu. Yu. Zabalueva // Commodity science, technology and expertise: innovative solutions and development prospects: Proceedings of the III National Scientific and Practical Conference, Moscow, June 02, 2022. – Moscow: Federal State Budgetary Educational Institution of Higher Education "Moscow State Academy of Veterinary Medicine and Biotechnology - MBA named after K.I. Scriabin", 2022:178-185. URL: <https://www.elibrary.ru/item.asp?edn=xegwcy&ysclid=1w51kwq079922731222> (In Russ.)
3. Highly sensitive determination of melamine in milk by an electrochemical sensor MIL-101/Au-LF/HTZ-PVP-vOG/SUE / Ruichi Zhao, Sh. Song, V. Hao [et al.] // Electrochemistry. 2019:55:7: 841-853. DOI 10.1134/S0424857019070041. URL: <https://www.elibrary.ru/item.asp?id=38255390&ysclid=1w51m8qkrh957779203> (In Russ.)
4. Kasymakunova, A.M. Determination of melamine in dry dairy products using high-performance liquid chromatography / A.M. Kasymakunova // Proceedings of the National Academy of Sciences of the Kyrgyz Republic. 2018:5:178-184. URL: <https://www.elibrary.ru/item.asp?id=36964125&ysclid=1w51np8d9998956878> (In Russ.)
5. Burmagina, T. Y. Comparativ assessment of modern methods of research of protein substances in dairy products / T. Y. Burmagina, I. S. Polyanskaya // Alley of Science. 2018:5:10(26):572-577. URL: <https://www.elibrary.ru/item.asp?edn=ysnzad&ysclid=1w51ostvx8171301842> (In Russ.)