

УДК: 547.874.14:637.12.074:543.422.3-74

DOI: 10.52419/issn2072-2419.2025.1.180

ИДЕНТИФИКАЦИЯ МОЧЕВИНЫ В МОЛОКЕ – СЫРЬЕ МЕТОДОМ ИНФРАКРАСНОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

Калюжная Т.В.* – канд. ветеринар. наук, доц., доц. каф. ветеринарно-санитарной экспертизы (ORCID 0000-0002-8682-1840); **Алмакаева Д.С.** – студ. 4 курса факультета ветеринарно-санитарной экспертизы.

ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский государственный университет ветеринарной медицины»

*tomagafk087@mail.ru

Ключевые слова: молоко, мочевина, спектрометрия, показатели качества, фальсификация молока.

Keywords: milk, urea, spectrometry, quality indicators, milk adulteration

Поступила: 10.02.2025

Принята к публикации: 06.03.2025

Опубликована онлайн: 26.03.2025



РЕФЕРАТ

Введение мочевины (карбамида) в состав сырого коровьего молока искусственно увеличивает уровень белка — ключевого параметра оценки качества продукта. Однако традиционные методы анализа, основанные на измерении азотистых соединений, не позволяют отличить естественный белок от добавленной мочевины, что создает риск фальсификации. Для обнаружения мочевины применяется колориметрический метод, регламентированный ГОСТ Р 55282-2012, а также согласно ГОСТ Р 52054-2023 установлена предельная норма содержания мочевины в молоке. Несмотря на точность, эта методика требует значительных временных и трудовых затрат. Исследования проводили поэтапно на базе учебно-исследовательского центра экспертизы пищевых продуктов и кормов для животных ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский государственный университет ветеринарной медицины». В качестве объектов анализа использовали образцы сырого молока без мочевины и с ее добавлением в различной концентрации, а также стандартизированный образец мочевины. На первых этапах изучали ИК-спектры проб, после чего анализировали зависимость интенсивности пиков поглощения от концентрации мочевины. Цель работы заключалась в оценке возможности применения ИК-спектрометрии в среднем диапазоне для идентификации карбамида в молоке. В результате исследований выявили корреляцию между уровнем мочевины и характеристиками ИК-спектров. Наиболее значимым результатом стало обнаружение специфической полосы поглощения, характерной исключительно для мочевины. Это позволяет не только количественно оценить ее присутствие, но и подтвердить наличие даже при низких концентрациях.

ВВЕДЕНИЕ / INTRODUCTION

В условиях роста потребления молочной продукции увеличивается риск её фальсификации, особенно в случае молока. Наиболее часто в качестве примесей используют воду, сухое молоко, растительные масла и заменители молочного жира, однако особую проблему представляет добавление мочевины [1; 2].

Мочевина (карбамид) или диамид угольной кислоты — это кристаллическое соединение с высоким содержанием азота (46%), растворимое в полярных средах. Её внесение в сырое молоко искусственно повышает уровень белка — ключевого параметра оценки качества продукта [3;4;5]. Согласно действующим стандартам (ГОСТ 23327-98, ГОСТ 25179-2014), массовая доля белка в молоке должна составлять минимум 2,8%, что так же регламентировано Техническим регламентом ТС 033/2013 и ГОСТ 52054-2003. Однако традиционные методы анализа, включая метод Кьельдаля, определяют общий азот, а не истинный белок, что не позволяет выявить фальсификацию мочевиной.

Для обнаружения карбамида применяется колориметрический метод по ГОСТ Р 55282-2012, кроме того, установлена норма содержания мочевины в сыром молоке ≤ 40 мг% согласно ГОСТ Р 52054-2023. Однако на практике использование этого метода ограничено из-за необходимости дорогостоящих реактивов, сложного оборудования и длительной подготовки проб [6;7;8].

В связи с этим актуальной задачей остается разработка простых и доступных способов выявления мочевины.

Целью исследования стала оценка возможности применения ИК-спектроскопии в среднем диапазоне для идентификации карбамида в молоке.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ / MATERIALS AND METHODS

Работа выполнялась в несколько стадий на базе учебно-исследовательского центра экспертизы пищевых продуктов и кормов для животных ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский государственный университет ветеринарной медицины». В качестве объектов исследования выступили образцы сырого молока, молока с добавлением мочевины, а также эталонный образец карбамида (таблица 1).

На начальном этапе фиксировали фоновый спектр рабочей среды. Затем проводили регистрацию ИК - спектров эталонного образца диамида угольной кислоты (ГК «ЛЮМЭКС», чистота $\geq 99\%$). Последующие этапы включали анализ ИК - спектров сырого молока и образцов с введением мочевины в диапазоне концентраций 5–50 мг%.

Для измерений применяли Фурье-ИК спектрометр «ИнфраЛюм ФТ-08» (ГК «ЛЮМЭКС»), оснащенный НПВО-приставкой с кристаллом ZnSe, и программное обеспечение «СпектраЛЮМ». Количественное определение мочевины выполняли колориметрическим методом в соответствии с ГОСТ Р 55282-2012 с использованием спектрофотометра «UNICO 2800» (UNICO, США).

Таблица 1 – Концентрация мочевины в пробах молока

№ пробы	Компонент	Концентрация мочевины, мг%
1	Молоко + мочевина	5
2	Молоко + мочевина	10
3	Молоко + мочевина	15
4	Молоко + мочевина	20
5	Молоко + мочевина	25
6	Молоко + мочевина	30
7	Молоко + мочевина	35
8	Молоко + мочевина	40
9	Молоко + мочевина	45
10	Молоко + мочевина	50

РЕЗУЛЬТАТЫ / RESULTS

В результате анализа ИК-спектров стандартного образца мочевины выявлены характерные полосы поглощения в диапазоне 1155–3435 см^{-1} . Интенсивный пик при 3435 см^{-1} соответствует асимметричным валентным колебаниям NH_2 -группы, тогда как пики на 3258 см^{-1} и 3340 см^{-1} связаны с её симметричными колебаниями. Полоса средней интенсивности при 1680 см^{-1} обусловлена деформационными колебаниями NH_2 , а полосы в зоне 1617 см^{-1} и 1597 см^{-1} соответствуют валентным колебаниям CO -группы. Слабые пики на 1464 см^{-1} и 1155 см^{-1} относятся к растяжению CN -связи и деформационным колебаниям NH_2 соответственно (Рисунок 1).

ИК-спектр сырого молока демонстрирует полосы, связанные с функциональными группами молочного жира и белков. Например, полоса 723 см^{-1} — деформационные колебания $\text{HC}=\text{CH}$ (цис-изомер); 1654 см^{-1} и 3006 см^{-1} — валентные колебания $\text{HC}=\text{CH}$ (цис); 1746 см^{-1} — валентные колебания $\text{C}=\text{O}$ эфирной группы; 3025 см^{-1} — валентные колебания

$\text{HC}=\text{CH}$ (транс). Пик при 1466 см^{-1} соответствует амидным группам белков, а диапазон 1300–1000 см^{-1} включает колебания $\text{C}-\text{O}$ эфиров и деформации CH_2 -групп (Рисунок 2).

При изучении спектров молока с мочевиной обнаружено, что ключевые полосы поглощения NH_2 - и CO -групп мочевины (3435, 1680, 1617 см^{-1}) маскируются полосами поглощения молока, что исключает их использование для детекции (Рисунок 3). Однако полоса при 1155 см^{-1} , связанная с деформационными колебаниями NH_2 , остаётся уникальной: она присутствует в спектре мочевины и не перекрывается полосами молока (Рисунок 4).

Таким образом, экспериментально подтверждено, что полоса 1155 см^{-1} позволяет идентифицировать мочевины в молоке даже при концентрации 40 мг%, соответствующей предельно допустимому уровню согласно нормативам. Это делает спектрометрию в среднем ИК-диапазоне эффективным методом для контроля качества молочной продукции на производстве.



Рисунок 1 – ИК-спектр стандартного образца мочевины.

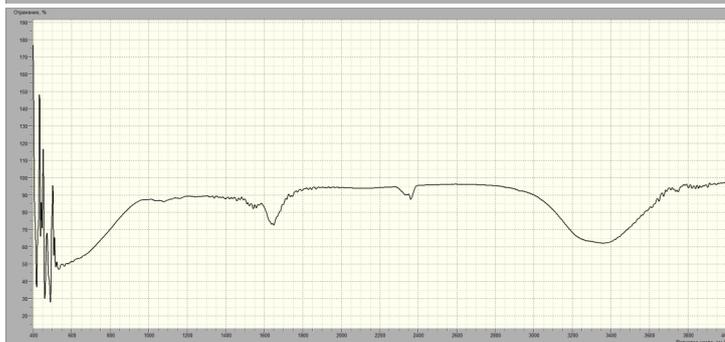


Рисунок 2 – ИК-спектр молока.



Рисунок 3 – ИК-спектры молока без мочевины и стандартного образца мочевины.



Рисунок 4 – ИК-спектры молока без мочевины, стандартного образца мочевины и молока с различной концентрацией мочевины.

ВЫВОДЫ / CONCLUSION

В результате проведенных исследований установлена корреляция между интенсивностью полос поглощения в ИК-спектрах и концентрацией мочевины в молоке. Ключевым маркером выбрана полоса 1155 см^{-1} , которая не перекрывается спектральными полосами поглощения молока и детектируется при $40\text{ мг}\%$ мочевины.

Применение ИК-спектromетрии демонстрирует потенциал для замены трудоемких колориметрических методов. Установленные спектральные маркеры мочевины открывают возможности для разработки быстрых и точных систем контроля качества молока, что особенно актуально в условиях борьбы с фальсификацией сырья.

Таким образом, ИК-анализ предлагает эффективное решение для мониторинга безопасности молочной продукции, сохраняя соответствие требованиям ГОСТ.

IDENTIFICATION OF UREA IN RAW MILK BY INFRARED SPECTROMETRY

Kalyuzhnaya T.V.* – Candidate of Veterinary Sciences, Associate Professor of the Department of Veterinary and Sanitary Expertise (ORCHID 0000-0002-8682-1840); **Almakaeva D.S.** – 4th year undergraduate student of the Faculty of Veterinary and Sanitary Expertise.

St. Petersburg State University of Veterinary Medicine

*tomagafk087@mail.ru

ABSTRACT

The introduction of urea (carbamide) into the composition of raw cow's milk artificially increases the protein level, which is a key parameter for evaluating product quality. However, traditional methods of analysis based on the measurement of nitrogenous compounds do not allow to distinguish natural protein from added urea, which creates a

risk of falsification. To detect urea, the colorimetric method is used, regulated by GOST R 55282-2012, and according to GOST R 52054-2023, the maximum urea content in milk is established. Despite its accuracy, this technique requires significant time and labor costs. The research was conducted in stages on the basis of the Educational and Research Center for Food and Animal Feed Expertise of the St. Petersburg State University of Veterinary Medicine. Samples of raw milk without urea and with its addition in various concentrations, as well as a standardized urea sample, were used as objects of analysis. At the first stages, the IR spectra of the samples were studied, after which the dependence of the intensity of absorption peaks on the concentration of urea was analyzed. The aim of the work was to evaluate the possibility of using IR spectrometry in the medium range to identify carbamide in milk. As a result of the research, a correlation was found between the level of urea and the characteristics of the IR spectra. The most significant result was the detection of a specific absorption band unique to urea. This allows not only to quantify its impurity, but also to confirm its presence even at low concentrations.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Калюжная, Т. В. Влияние меламина и мочевины на показатели качества молока / Т. В. Калюжная, А. В. Дрозд, П. С. Жмуркина, Д.С. Алмакаева // Международный вестник ветеринарии. – 2024. – № 4. – С. 205-210. Режим доступа: <https://spbgvum.ru/wp-content/uploads/2024>

2. Калюжная, Т. В. Изучение спектральных характеристик меламина для оценки безопасности молока и продуктов его переработки при лабораторном контроле / Т. В. Калюжная, А. В. Дрозд // Международный вестник ветеринарии. – 2024. – № 2. – С. 166-171. Режим доступа: <https://www.elibrary.ru/item.asp?id=68597287>

3. Определение мочевины в молоке высокопродуктивных коров - прогностический маркер развития мастита / М. Н. Исакова, М. В. Ряпосова, С. В. Мырнин, У. В. Сивкова // Животноводство и кормо-

производство. – 2021. – Т. 104, № 3. – С. 147-154. Режим доступа: <https://www.elibrary.ru/item.asp?edn=mogwie&ysclid=m7bkktmag4565873096>

4. Об "истинном" белке и содержании мочевины в молоке / Е. А. Дубова, Л. А. Буйлова, Н. Г. Острецова [и др.] // Молочная промышленность. – 2017. – № 4. – С. 48-49. Режим доступа: <https://www.elibrary.ru/item.asp?edn=yhxahn&ysclid=m7bkmev3q0699291699>

5. Шидловская, В. П. К вопросу о содержании мочевины в молоке и методах ее определения / В. П. Шидловская, Е. А. Юрова // Молочная промышленность. – 2012. – № 4. – С. 42-44. Режим доступа: <https://www.elibrary.ru/item.asp?id=17674969&ysclid=m7bkplvw9u451419936>

6. Самарин Г.Н., Васильев А.Н., Ружьев В.А., Мамахай А.К. Анализ современных способов определения качества молока // Известия Оренбургского ГАУ. 2019. № 5 (79). С. 158-162. Режим доступа: <https://www.elibrary.ru/item.asp?id=41288906&ysclid=m7bkr0huah867242902>

7. Тамахина А.Я. Нормативно-методическая база идентификации коровьего молока // Актуальные проблемы науки и практики: Гатчинские чтения-2020: сборник научных трудов по материалам VII Международной научно-практической конференции. - Гатчина: Изд-во ГИЭФПТ, 2020. - Т. 1. - С. 438-443. Режим доступа: <https://www.elibrary.ru/item.asp?edn=efaieo&ysclid=m7bkslk1z5329381244>

8. Тихонова Н.А. Содержание белка и мочевины как показатель сбалансированности энергии и сырого протеина в корме у лактирующих коров // В сборнике: Материалы региональной научно-практической конференции РГАУ - МСХА им. К.А. Тимирязева с международным участием. 2019. С. 32-34. Режим доступа: <https://www.elibrary.ru/item.asp?edn=qxjabg&ysclid=m7bku9mr2j29911699>

REFERENCES

1. Kalyuzhnaya, T. V. The influence of melamine and urea on milk quality indicators / T. V. Kalyuzhnaya, A.V. Drozd, P. S. Zhmurkina, D.S. Almakaeva // *International Bulletin of Veterinary Medicine*. 2024:4:205-210. URL: <https://spbguv.ru/wp-content/uploads/2024> (In Russ.)
2. Kalyuzhnaya, T. V. Study of the spectral characteristics of melamine for assessing the safety of milk and its processed products during laboratory control / T. V. Kalyuzhnaya, A.V. Drozd // *International Bulletin of Veterinary Medicine*. 2024:2:166-171. URL: <https://www.elibrary.ru/item.asp?id=68597287> (In Russ.)
3. Determination of urea in the milk of highly productive cows is a prognostic marker for the development of mastitis / M. N. Isakova, M. V. Ryaposova, S. V. Mymrin, U. V. Sivkova // *Animal husbandry and feed production*. 2021:104:3:147-154. URL: <https://www.elibrary.ru/item.asp?edn=mogwie&ysclid=m7bkktnag4565873096> (In Russ.)
4. On the "true" protein and urea content in milk / E. A. Dubova, L. A. Buylova, N. G. Ostretsova [et al.] // *Dairy industry*. 2017:4:48-49. URL: <https://www.elibrary.ru/item.asp?edn=yhxahn&ysclid=m7bkmev3q0699291699> (In Russ.)
5. Shidlovskaya, V. P. On the issue of urea content in milk and methods of its determination / V. P. Shidlovskaya, E. A. Yurova // *Dairy industry*. 2012:4:42-44. URL: <https://www.elibrary.ru/item.asp?id=17674969&ysclid=m7bkp1vw9u451419936> (In Russ.)
6. 6. Samarin G.N., Vasiliev A.N., Ruzhev V.A., Mamakhai A.K. Analysis of modern methods for determining milk quality // *Izvestiya Orenburg State Agrarian University*. 2019:5(79):158-162. URL: <https://www.elibrary.ru/item.asp?id=41288906&ysclid=m7bkr0huah867242902> (In Russ.)
7. Tamakhina A.Ya. Regulatory and methodological framework for identification of cow's milk // *Current problems of science and practice: Gatchina Readings 2020: collection of scientific papers based on the materials of the VII International Scientific and Practical Conference*. Gatchina: GIEFPT Publishing House. 2020:1:438-443. URL: <https://www.elibrary.ru/item.asp?edn=efaieo&ysclid=m7bkslk1z5329381244> (In Russ.)
8. Tikhonova N.A. Protein and urea content as an indicator of the balance of energy and crude protein in the feed of lactating cows // *In the collection: Proceedings of the regional scientific and practical conference of the Russian State Agricultural Academy named after K.A. Timiryazev with international participation*. 2019:32-34. URL: <https://www.elibrary.ru/item.asp?edn=qxjabg&ysclid=m7bku9mr2j29911699> (In Russ.).