

**ДЕРЖАВНА СЛУЖБА УКРАЇНИ З ПИТАНЬ БЕЗПЕЧНОСТІ ХАРЧОВИХ  
ПРОДУКТІВ ТА ЗАХИСТУ СПОЖИВАЧІВ  
ДЕРЖАВНИЙ НАУКОВО-ДОСЛІДНИЙ ІНСТИТУТ З ЛАБОРАТОРНОЇ  
ДІАГНОСТИКИ ТА ВЕТЕРИНАРНО-САНИТАРНОЇ ЕКСПЕРТИЗИ**



**ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ТРАНС-ІЗОМЕРІВ ЖИРНИХ КИСЛОТ  
В ХАРЧОВИХ ПРОДУКТАХ У ВІДСОТКОВОМУ  
СПІВВІДНОШЕННІ ДО ЖИРНОКИСЛОТНОГО СКЛАДУ З  
ВИКОРИСТАННЯМ МЕТОДУ ГАЗОВОЇ ХРОМАТОГРАФІЇ  
Методичні рекомендації**

**КИЇВ – 2024**

Методичні рекомендації розглянуто та затверджено на засіданні Вченої ради Державного науково-дослідного інституту з лабораторної діагностики та ветеринарно-санітарної експертизи (протокол № 3 від 16 травня 2024 року).

Методичні рекомендації затверджено і прийнято до впровадження в практику державних лабораторій Держпродспоживслужби Науково-методичною радою при Державній службі України з питань безпечності харчових продуктів та захисту споживачів (протокол № 3 від 29 травня 2024 року).

**Розробники:** О. В. Піщанський, С. В. Шуляк, Ю. А. Омельчун, А. І. Кобиш, Н. П. Клочкова, Н. В. Курята, І. О. Сероштан.

**Рецензенти:**

**Доброжан Ю. В.** – кандидат ветеринарних наук, начальник лабораторії атомно-абсорбційної спектрометрії науково-дослідного хіміко-токсикологічного відділу Державного науково-дослідного інституту з лабораторної діагностики та ветеринарно-санітарної експертизи, м. Київ;

**Романько М. Є.** – доктор біологічних наук, старший науковий співробітник, завідувач науково-дослідного відділу організації наукової та міжнародної роботи відділу Державного науково-дослідного інституту з лабораторної діагностики та ветеринарно-санітарної експертизи, м. Київ;

**Шевченко Л. В.** – доктор ветеринарних наук, професор кафедри ветеринарної гігієни ім. проф. А. К. Скороходька Національного університету біоресурсів і природокористування України, м. Київ.

**Визначення вмісту транс-ізомерів жирних кислот в харчових продуктах у відсотковому співвідношенні до жирнокислотного складу з використанням методу газової хроматографії : методичні рекомендації ;** О. В. Піщанський, С. В. Шуляк, Ю. А. Омельчун, А. І. Кобиш, Н. П. Клочкова, Н. В. Курята, І. О. Сероштан; Київ, ДНДІЛДВСЕ; 2024; 22 с.

У методичних рекомендаціях описано хроматографічний метод визначення жирнокислотних профілів, враховуючи транс-ізомери жирних кислот, в харчових продуктах з застосуванням газового хроматографа з полум'яно-іонізаційним детектором.

Рекомендації призначені для спеціалістів регіональних державних лабораторій Держпродспоживслужби, слухачів факультетів післядипломного навчання, науковців, викладачів та студентів вищих навчальних закладів III-IV рівнів акредитації зі спеціальності 211 – Ветеринарна медицина та фахівців інших лабораторій.

©ДНДІЛДВСЕ, 2024

## ЗМІСТ

ВСТУП	4
1. ЗАГАЛЬНІ ПОЛОЖЕННЯ	4
2. ГАЛУЗЬ ЗАСТОСУВАННЯ	5
3. ПРИНЦИП МЕТОДУ	5
4. ВИМОГИ ДО КВАЛІФІКАЦІЇ СПЕЦІАЛІСТІВ	5
5. УМОВИ ВИКОНАННЯ ВИМІРЮВАНЬ	6
6. ХАРАКТЕРИСТИКИ ОЦІНКИ ПРИДАТНОСТІ МЕТОДУ	6
7. ЗАСОБИ ВИМІРЮВАЛЬНОЇ ТЕХНІКИ, ДОПОМІЖНЕ ОБЛАДНАННЯ ТА МАТЕРІАЛИ	7
8. ПІДГОТОВКА ДО ВИКОНАННЯ ВИМІРЮВАНЬ	8
9. ВИКОНАННЯ ВИМІРЮВАНЬ	9
10. РОЗРАХУНОК І ІНТЕРПРЕТАЦІЯ РЕЗУЛЬТАТІВ	11
11. ОЦІНКА ПРИДАТНОСТІ МЕТОДУ	13
12. ВИМОГИ БЕЗПЕКИ	20
13. СПИСОК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ	21
ДОДАТОК 1	22

## ВСТУП

Методичні рекомендації включають опис підготовки зразка, налаштування хроматографічного обладнання та подальшого кількісного визначення жирно кислотного складу в харчовій продукції методом газової хроматографії.

Процедура рекомендується для використання при визначенні вмісту транс-ізомерів жирних кислот в продуктах харчування із застосуванням газового хроматографа з полум'яно-іонізаційним детектором.

### 1. ЗАГАЛЬНІ ПОЛОЖЕННЯ

Транс - жирні кислоти - це ненасичені жирні кислоти з принаймні одним подвійним зв'язком у транс - конфігурації. Вони природним чином в незначній кількості містяться в молочних та м'ясних продуктах, проте саме гідрогенізовані жири (промислово вироблені) є основним джерелом транс-жирних кислот у раціоні людей.

Результати наукових досліджень показують, що часте споживання транс-жирних кислот є фактором ризику виникнення серцево-судинних захворювань і смерті від ішемічної хвороби серця.

Рекомендують, щоб споживання ТЖК усіма групами населення було якомога низьким та становило приблизно 1% від добової енергетичної потреби раціону людини або менше.

Сучасна харчова промисловість розробила кілька стратегій для зменшення транс-ізомерів в гідрогенізованих жирах, і на даний час маргарин та інші гідрогенізовані продукти, що містять низький вміст трансжирів, або практично нульовий вміст, доступні та можуть бути придбані на роздрібному ринку [10].

В Україні згідно з Наказом МОЗ № 1613 від 16.07.2020 р. [2] в харчових продуктах обмежено вміст транс-жирів до 2 г на 100 г загальної кількості усіх жирів, що містяться в харчовому продукті.

## 2. ГАЛУЗЬ ЗАСТОСУВАННЯ

Методика призначена для якісного та кількісного вимірювання жирнокислотного складу у харчових продуктах за допомогою хроматографічного аналізу МЕЖК та визначення вмісту транс-жирних кислот у відсотковому співвідношенні до загальної кількості жирних кислот з використанням методу капілярної газової хроматографії.

Методика розроблена для застосовування в державних лабораторіях Держпродспоживслужби та інших вповноважених лабораторіях на проведення даного виду досліджень.

## 3. СКОРОЧЕННЯ

В методичних рекомендаціях використовуються такі скорочення:

ГХ – газова хроматографія;

ПД – детектор полум'яно-іонізаційний;

GUM – керівництво по вираженню невизначеності в вимірюваннях (Guide to the expression of Uncertainty in Measurment);

ВООЗ – Всесвітня організація охорони здоров'я;

х. ч. – хімічно чистий;

б/в – безводний;

ТЖК – транс-жирні кислоти;

ТІЖК – транс-ізомери жирних кислот;

МЕЖК – метилові ефіри жирних кислот;

#### 4. ПРИНЦИП МЕТОДУ

Визначення МЕЖК проводиться методом газової хроматографії з використанням полум'яно – іонізаційного детектора після екстрагування жиру, розчинення гліцеридів в розчиннику та перетворення їх в метилові ефіри жирних кислот під час переетерифікації з гідроксидом калію.

#### 5. ВИМОГИ ДО КВАЛІФІКАЦІЇ СПЕЦІАЛІСТІВ

Для виконання хроматографічних вимірювань і обробки їх результатів допускаються фахівці, що мають другий (магістерський) рівень освіти за спеціальністю 211 – Ветеринарна медицина, пройшли навчання з хроматографічних методів вимірювань, ознайомлені з інструкцією по експлуатації хроматографа та мають допуск до виконання даної роботи.

#### 6. УМОВИ ВИКОНАННЯ ВИМІРЮВАНЬ

При виконанні вимірювань вмісту МЕЖК методом ГХ та згідно з інструкцією до обладнання необхідно дотримуватися таких умов:

- температура навколишнього середовища (+18°C - +28°C ± 2);
- атмосферний тиск від 84 до 107 кПа (від 630 до 800 мм рт. ст.);
- відносна вологість повітря (при +20 °C) 5 – 95 %;
- напруга в електричній мережі живлення (220 ±10) В.

#### 7. ХАРАКТЕРИСТИКИ ОЦІНЮВАННЯ ПРИДАТНОСТІ МЕТОДУ

*Таблиця 1*

**Критерії оцінювання придатності методу.**

Діапазон вимірювань, %	Точність, %	Повторюваність (r), %	Внутрішньо-лабораторна відтворюваність (R), %	Розширена невизначеність (U), %
0,01-100	95-105	< 20,0	< 20,0	≤10

## 8. РЕАКТИВИ ТА ДОПОМІЖНІ МАТЕРІАЛИ

Всі реактиви та розчини мають бути придатними для аналізу вмісту МЕЖК методом газової хроматографії:

8.1. Чашка фарфорова № 5 для випаровування, 250 мл.

8.2. Скляна лабораторна конічна колба (Ерленмеєра) зі шліфом та скляною пробкою на 250 мл.

8.3. Пробірки скляні мірні на 10 см<sup>3</sup> зі шліфом.

8.4. Стандартна суміш метилових ефірів жирних кислот 37 COMPONENT FAME MIX, Supelco, 1x1 мл.

8.5. Сертифікований референтний матеріал чистого молочного жиру BCR632 A, Бельгія.

8.6. n - Гексан для газової хроматографії Suprasolv, Sigma-Aldrich.

8.7. Метанол для газової хроматографії Suprasolv, Sigma-Aldrich.

8.8. Петролейний ефір, осч.

8.9. Діетиловий ефір, 99,7%.

8.10. Натрію сульфат б/в, х.ч., висушений при температурі 500°C у муфельній печі протягом 4 год. Зберігається в екзикаторі.

8.11. Деіонізована вода для хроматографії.

8.12. Калію гідроксид, х.ч.

Готують розчин КОН з концентрацією 2 моль/дм<sup>3</sup> (11,2±0,1 г КОН змішують зі 100 см<sup>3</sup> метанолу (8.7) на змішувачі до розчинення кристалів. Зберігають в холодильнику за температури 4-6°C).

8.13. Паперові складчасті фільтри, діаметр 150 мм, швидкість фільтрації 27 с., товщина 0,2 мм, загального призначення.

## 9. ЗАСОБИ ВИМІРЮВАЛЬНОЇ ТЕХНІКИ, ДОПОМІЖНЕ ОБЛАДНАННЯ,

9.1. Подрібнювач для проб "Retsch Grindomix GM 300".

9.2. Струшувач для колб універсальний Іка «KS 501 D».

**9.3.** Газовий хроматограф з полум'яно - іонізаційним детектором (ГХ/ПД).

**9.4.** Капілярна хроматографічна колонка Agilent J&W GC Columns Select Fame 100m x 0.25mm x 0.25µm.

**9.5.** Водяна баня лабораторна для колб, діапазон температур: 30 ... +99 °С.

**9.6.** Ротаційний випаровувач Heidolph Hei-VAP Core HL/G3.

**9.7.** Пакети для відбору проб Whirl Pak Sample Bags.

**Примітка.** Допускається застосування іншого вимірювального та допоміжного обладнання, яке не уступає вищевказаним за метрологічними і технічними характеристиками і забезпечує необхідну точність вимірювання, а також реактивів за якістю не гірше вищевказаних.

## **10. ПІДГОТОВКА ДО ВИКОНАННЯ ВИМІРЮВАНЬ**

### **10.1. Відбір зразків для дослідження**

Відбирають три споживчих упаковки досліджуваного зразку загальною масою не менше 300-500 г.

Зразки харчових продуктів, що швидко псуються (особливо готових до вживання) в охолоджених за допомогою пакетів з льодом контейнерах (скляних, або з харчового пластику) негайно доставляють до лабораторії.

Якщо аналіз проб не проводиться в день їх отримання – зберігати проби потрібно в холодильнику (при температурі від +2 до +8°С для олій), або в морозильній камері (при температурі приблизно від -18°С до -15°С, для всіх інших продуктів харчування). Досліджувати зразки харчових продуктів необхідно до закінчення терміну їх придатності, вказаному на упаковці. Якщо дата терміну придатності не вказана на етикетці продукту харчування або невідома, дослідження проби проводити одразу [5].

### **10.2. Підготовка зразку до проведення досліджень**

Для подальшого дослідження гомогенізують весь зразок.

Частину гомогенізованого зразку поміщають в пакети для відбору проб (9.7), наклеюють ідентифікаційний номер і зберігають в холодильнику за температури 2-8°С ( жири, олії), або в морозильній камері за температури -18°С (готові до вживання продукти) до закінчення проведення випробувань.



Іншу частину зразку використовують для подальшого дослідження.

## **11.ВИКОНАННЯ ВИПРОБУВАНЬ**

### **11.1. Вилучення жиру з досліджуваного зразку**

#### **11.1.1. Екстрагування розчинником (крім магарину/спреду)**

Відбирають приблизно 20 г зразку (або 80 г, якщо зразок з низьким вмістом жиру), переносять в скляну колбу на 250 см<sup>3</sup> (8.2) та додають 50 см<sup>3</sup> петролейного ефіру, 50 см<sup>3</sup> діетилового ефіру і 10 см<sup>3</sup> н-гексану (у співвідношенні 50:50:10). Струшують на струшувачі (9.2) протягом 0,5 год. Верхній шар відфільтровують через фільтрувальний папір, заповнений на 2/3 сульфатом натрію б/в, у круглодонну колбу для випаровування (8.1) та концентрують на ротаційному випаровувачі (40°C) (9.6). Розчинник випаровують, а жир, що залишився використовують для подальшого дослідження.

#### **11.1.2. Екстрагування розчинником продуктів харчування з високим вмістом жиру**

Відбирають наважку приблизно 20 г (або 80 г, якщо зразок з низьким вмістом жиру), поміщають в фарфорову ступку і перемішують з безводним сульфатом натрію (8.10) до утворення кришкоподібної маси. Далі переносять пробу в скляну колбу на 250 см<sup>3</sup> (8.2) і екстрагують з н-гексаном (8.6) на струшувачі (9.2) протягом 1 год. Об'єм розчинника має бути в 2 рази більший за об'єм проби в колбі.

Екстракт фільтрують через фільтрувальний папір у фарфорову чашку для випаровування (8.1), поміщують на водяну баню (40°C), розчинник випаровують, а жир, що залишився використовують для подальшого дослідження.

#### **11.1.3. Екстракція маргарину/спреду**

Гомогенізовану пробу маргарину/спреду масою приблизно 20 г поміщають у колбу на 250 см<sup>3</sup> (8.2) зі скляною пробкою.

Додають 50 см<sup>3</sup> петролейного ефіру і 50 см<sup>3</sup> діетилового ефіру (50 : 50) та ретельно струшують до розчинення проби маргарину/спреду.

Вміст колби переносять в ділильну лійку на 250 см<sup>3</sup>. Додають 50 см<sup>3</sup> деіонізованої води (8.11), обережно струшують та залишають на 2 хв для розділення шарів.

Нижній водний шар зливають. Верхній шар розчинника фільтрують через фільтрувальний папір (8.13), наповнений на 2/3 безводним сульфатом натрію у чашку для випаровування.

Розчинник випарюють повністю, використовуючи водяну баню (9.5) за температури 40°C.

**Примітка:** за необхідності кількість розчинників для проведення екстрагування збільшується в два рази, в залежності від відсотку вологи в зразку.

## **11.2. Гідроліз**

Наважку вилученого жиру масою приблизно 200 мг поміщають у пробірку на 10 см<sup>3</sup>, розчиняють в 5 см<sup>3</sup> н-гексану або н-гептану та додають 0,5 см<sup>3</sup> 2 М розчину КОН (8.12). Сильно струшують пробірку вручну протягом 2-3 хв.

Залишають на 10 хв. для розділення шарів. Верхній шар за допомогою піпетки переносять в іншу пробірку на 10 см<sup>3</sup>, яка містить 1 г сульфату натрію б/в, додають приблизно 5 см<sup>3</sup> н-гексану, щоб загальний об'єм склав 10 см<sup>3</sup> і також інтенсивно струшують. Відбирають верхній гексановий шар і хроматографують на газовому хроматографі з використанням полум'яно – іонізаційного детектора. Концентрація МЕЖК приблизно буде 10-20 мг/мл.

**Примітка:** якщо немає можливості одразу провести метилювання, жир зберігають в холодильнику за температури +4°C. Метилювання необхідно провести протягом 1-2 днів після отримання жиру, оскільки тривале зберігання може призвести до окиснення поліненасичених жирних кислот.

## **11.3. Умови виконання вимірювань.**

### **11.3.1. Підбір оптимальних умов.**

Ефективність і прохідність капілярної колонки полягає в тому, що розділення компонентів та тривалість дослідження залежить від швидкості потоку газу-носія в колонці. Важливо оптимізувати оперативні умови впливом на цей параметр (тиск в колонці), щоб за бажанням, або поліпшувати розділення, або прискорювати досліджування.

Таблиця 2

## Конфігурація та режим роботи

Конфігурація	Режим роботи
Газовий хроматограф	Varian CP 3800
Колонка	Agilent J&W GC Columns Select Fame 100m x 0.25 mm x 0.25 μm
Температура інжектора	260°C
Температура колонки	програмована
Температура детектора	260°C
Об'єм інжекції	1 мкл
Режим введення проби	автоматичний
Потік	N <sub>2</sub> -29 ml/min, H <sub>2</sub> -30 ml/min, Air-300 ml/min
Газ-носії	Азот з чистотою 99,999%

Таблиця 3

## Програмований температурний режим

Початок °С/хв	Температура, °С	Час/хв	Загальний час, хв
Початкова	140	5	5,00
5	240	12	37,00
50	200	1	38,00
50	100	1	41,80

Таблиця 4

## Час виходу МЕЖК при хроматографічному аналізі

Назва кислоти	Час виходу, хв
Масляна	9,5
Капронова	10,00
Каприлова	11,00
Капринова	12,70
Лауринова	15,14
Міристинова	18,05
Міристолеїнова	19,10
Пальмітинова	21,00
Пальмітолеїнова	21,76
Стеаринова	23,75
Олеїнова	24,22
Лінолева	25,40
Ліноленова	26,75
Арахінова	27,10
Бегенова	27,50

### 11.3.2. Визначення числа теоретичних тарілок і роздільної здатності

Аналізують дві різні речовини (метилстеарат та метилолеат) в однакових пропорціях.

Кількість теоретичних тарілок  $n$  (ефективність) обчислюють за формулою 1:

$$n = 16 \left( \frac{dr(i)}{\omega(i)} \right)^2 \quad (1),$$

А роздільну здатність  $R$  обчислюють за формулою 2:

$$R = \frac{2\Delta}{\omega(i) + \omega(ii)} \quad (2),$$

де:  $dr(i)$  – відстань утримування від початку хроматограми до максимуму піка метилстеарату, мм

$\omega(i) + \omega(ii)$  – ширина піків метилстеарату та метилолеату, відповідно, виміряних між точками переміщення дотичних у точках вигину кривої з основною лінією, мм

$\Delta$  – відстань між максимумами піків метилстеарату та метилолеату

Необхідно вибрати такі умови, щоб забезпечити не менше ніж 2000 теоретичних тарілок на діаметр довжини колонки для метилстеарату і роздільну здатність не менше 1,25.

### 11.3.3. Поводження з дослідною пробою.

Відбирають з пробірки 1 мм<sup>3</sup> отриманого розчину метилових ефірів і вводять у хроматографічну систему.

У разі визначання компонентів, що наявні у малих кількостях, об'єм дослідної проби може бути збільшений.

## 12. РОЗРАХУНОК І ІНТЕРПРЕТАЦІЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

Для розрахунку вмісту МЕЖК в зразку використовують метод внутрішньої нормалізації, тобто припускають, що усі компоненти представлені на хроматограмі так, що загальна площа піків становить 100% .

Прилад автоматично вираховує кількість жирних кислот від загальної суми у відсотках за формулою 3:

$$\frac{A_i}{\sum A} \times 100\% \quad (3),$$

де:  $A_i$  – площа піку, що відповідає  $i$ -му компоненту,

$\sum A$  – сума площ під усіма піками.

Результат виражають з точністю до 0,01% (до другого знаку після коми).

Контроль якості повинен проводитися протягом усього аналізу. Перевіряють працездатність системи, щоб гарантувати, що вона функціонує задовільно.

Перевіряють базову лінію сигналу детектору. Базова лінія повинна бути стабільною, без різких коливань, сторонніх піків. Якщо є якісь відхилення, проводять кондиціювання хроматографічної системи, обслуговування інжектора (заміна септи, лайнера (скляної вставки)).

Перевіряють контроль відхилення часу утримання та площі піку контрольного розчину (8.4). Для цього інжектують контрольний розчин суміші дослідних речовин. Встановлюють час утримання та визначають площу піку для кожного аналізу.

Значення RSD для площі піку та часу утримання не має перевищувати 3,0%.

**12.1 Розрахунок вмісту окремої жирної кислоти (%) від суми жирних кислот з врахуванням коефіцієнтів перерахунку (формула 4):**

$$W_{\text{FAME}i} = (A_i \times F_{\text{FA}i} \times R_i / S_{\text{МЕЖК}}) * 100 \quad (4),$$

де:  $A_i$  – результат окремого МЕЖК у досліджуваному зразку, %;

$F_{FAi}$  – коефіцієнт перерахунку МЕЖК в еквіваленті до жирної кислоти;

$R_i$  – теоретичний (відносний) коригувальний коефіцієнт для FID;

$S_{МЕЖК}$  – сума всіх жирних кислот, %.

Після обрахунку загальної суми жирних кислот з застосуванням всіх коефіцієнтів перерахунку, вираховують вміст ТЖК (C18:1, C18:2, C18:3) підсумувавши їх: вміст ТЖК, % = % C18:1+% C18:2+% C18:3.

Результати досліджень у звіті мають бути показані як для транс-ізомерів (C18:1, C18:2, C18:3) так і для всіх інших виявлених кислот в пробі.

Розрахунок вмісту жирних кислот краще проводити за допомогою електронної таблиці в Excel, яку можна створити самостійно, або скористатись зсилкою на сайт ВООЗ: [https://cdn.who.int/media/docs/default-source/nutritionlibrary/replace-transfat/fattyacid-calculation-spreadsheet-who-simplified-protocol.xlsx?sfvrsn=8b9c6f9d\\_3](https://cdn.who.int/media/docs/default-source/nutritionlibrary/replace-transfat/fattyacid-calculation-spreadsheet-who-simplified-protocol.xlsx?sfvrsn=8b9c6f9d_3).

*Таблиця 4.*

**Таблиця корегувальних коефіцієнтів**

Назва кислоти	Тривіальні назви жирних кислот	Теоретичні (відносні) коригувальні коефіцієнти FID, ( $R_i$ )	Коефіцієнти перерахунку МЕЖК в еквіваленті до жирних кислот, $F_{FAi}$
1	2	3	4
C4:0	Масляна	1,5396	0,8627
C6:0	Капронова	1,3084	0,8923
C8:0	Каприлова	1,1927	0,9114
C10:0	Капринова	1,1233	0,9247
C11:0	Ундецилова	1,1002	0,9300
C12:0	Лауринова	1,0771	0,9346
C13:0	Тридеканова	1,0593	0,9386
C14:0	Міристинова	1,0440	0,9421
C14:1t	Міристеаїнова	1,0354	0,9417
C14:1c	Міристолеїнова	1,0354	0,9417
C15:0	Пентадеканова	1,0308	0,9453
C15:1t	транс-10-Пентадецена	1,0227	0,9449
C15:1c	Пентадецена	1,0227	0,9449
C16:0	Пальмітинова	1,0193	0,9481

Назва кислоти	Тривіальні назви жирних кислот	Теоретичні (відносні) коригувальні коефіцієнти FID, (R <sub>i</sub> )	Коефіцієнти перерахунку МЕЖК в еквіваленті до жирних кислот, F <sub>FAi</sub>
1	2	3	4
C16:1t	транс-Пальмітелаїнова	1,0117	0,9477
C16:1c	Пальмітолеїнова	1,0117	0,9477
C17:0	Маргарінова	1,0091	0,9507
C17:1t	транс-10-Гептадецена	1,0019	0,9503
C17:1c	Гептадецена	1,0019	0,9503
C18:0	Стеаринова	1,0000	0,9530
C18:1t	транс-Олеїнова (Елайдінова)	0,9932	0,9527
C18:1c	цис-Олеїнова	0,9932	0,9527
C18:2t	транс-Лінолева	0,9865	0,9524
C18:2c (n6)	цис-Лінолева	0,9865	0,9524
C18:3t	транс-Октадекатрієнова	0,9797	0,9520
C18:3c (n3)	α-Ліноленова кислота	0,9797	0,9520
C18:3c (n6)	γ- Ліноленова кислота	0,9797	0,9520
C18:4c (n3)	Октадекатетраєнова	0,9730	0,9517
C20:0	Арахінова	0,9845	0,9570
C20:1	Ейкозенова	0,9785	0,9568
C20:2	Ейкозадієнова	0,9724	0,9565
C20:3 (n3)	cis-11,14,17 Ейкозотриєнова	0,9663	0,9562
C20:3 (n6)	cis-8,11,14 Ейкозатриєнова	0,9663	0,9562
C20:4 (n6)	Арахідонова	0,9603	0,9560
C20:5 (n3) EPA	cis-5,8,11,14,17 Ейкозапентаєнова	0,9452	0,9557
C21:0	Генейкозанова	0,9783	0,9588
C22:0	Бегенова	0,9720	0,9604
C22:1	Ерукова	0,9664	0,9602
C22:2	Cis-13,16 Докозадієнова	0,9609	0,9600
C22:5 (n3) DPA	Докозапентаєнова	0,9443	0,9593
C22:6 (n3) DHA	cis-4,7,10,13,16,19 Докозагексаєнова	0,9388	0,9590
C23:0	Трикозанова	0,9667	0,9620
C24:0	Лігноцеринова	0,9614	0,9633
C24:1	Нервонова	0,9564	0,9632

Необхідність застосування коефіцієнтів аргументується тим, що при наявності жирних кислот з менш ніж вісьмома атомами вуглецю, або кислот з вторинними групами, їх площі необхідно відкоригувати, враховуючи спеціальні коригувальні коефіцієнти ( $F_{FAi}$ ). Такі коефіцієнти бажано визначити для кожного окремого приладу. Для цього використовують відповідні референтні матеріали з сертифікованим складом жирних кислот у відповідному діапазоні.

Коефіцієнти перерахунку МЕЖК не ідентичні теоретичним коригувальним коефіцієнтам ПД, які наведені у таблиці 4, оскільки вони також включають ефективність системи введення, тощо. Однак, у випадку більших розбіжностей, всю систему слід перевірити на ефективність.

Для референтної суміші відсоток маси МЕЖК<sub>i</sub> визначається за формулою 5:

$$w_i = (m_i / \Sigma m) \times 100 \quad (5),$$

де:  $m_i$  – маса МЕЖК<sub>i</sub> в референтній суміші;

$\Sigma m$  – сукупність мас різних компонентів, виражена як МЕЖК суміші для порівняння.

Виходячи з хроматограми референтної суміші, обчислюють відсоток за площею для МЕЖК<sub>i</sub> таким чином:

$$w_i = (A_i / \Sigma A) \times 100 \text{ де:}$$

$A_i$  – це площа МЕЖК<sub>i</sub> в референтній суміші;

$\Sigma A$  – це сума усіх площ усіх МЕЖК референтної суміші.

Тоді, коригувальний коефіцієнт  $F_{FAi} = (m_i \times \Sigma A) / (A_i / \Sigma m)$

Для зразка, часова частка кожного МЕЖК це  $i$ :  $w_i = (F_i \times A_i) / \Sigma (F_i \times A_i)$   
Результати відображають з точністю до двох знаків після коми. Розраховане значення відповідає відсотку маси окремої жирної кислоти, розрахованої як триацилгліцероли на 100 г жиру.



### 13. ОЦІНКА ПРИДАТНОСТІ МЕТОДУ

Таблиця 5.

#### Характеристики оцінювання придатності методу

№ п/п	Назва показника	Межа кількісного виявлення, %	Повторюваність (S <sub>r</sub> ), %	Внутрішньо-лабораторна відтворюваність (S <sub>R</sub> ), %	Розширена невизначеність (U), %
1	Масляна кислота	0,01	0,13	0,19	0,39
2	Капронова кислота	0,01	0,11	0,13	0,26
3	Каприлова кислота	0,01	0,06	0,07	0,14
4	Капринова кислота	0,01	0,16	0,27	0,54
5	Деценова кислота	0,01	0,01	0,03	0,06
6	Лауринова кислота	0,01	0,12	0,19	0,38
7	Міристинова кислота	0,01	0,31	0,39	0,78
8	Міристолеїнова кислота	0,01	0,04	0,06	0,12
9	Пальмітинова кислота	0,01	0,16	1,36	2,72
10	Пальмітолеїнова кислота	0,01	0,04	0,09	0,18
11	Стеаринова кислота	0,01	0,33	0,49	0,98
12	Олеїнова кислота	0,01	0,14	0,26	0,52
13	Лінолева кислота	0,01	0,08	0,2	0,4
14	Ліноленова кислота	0,01	0,04	0,06	0,12
15	Арахінова кислота	0,01	0,01	0,01	0,02
16	Бегенова кислота	0,01	0,01	0,01	0,02
17	ТЖК (сума)	0,01	0,18	0,31	0,52

За результатами оцінки придатності методу з визначення жирнокислотного складу даний метод придатний для запланованого використання.

### 13.1. Оцінювання невизначеності випробувань.

Оцінку невизначеності проводить кваліфікований персонал, що працює з даною методикою, пройшов навчання та має відповідні навички.

Оцінка невизначеності методу проводиться:

- при розробці або впровадженні нового методу досліджень;
- при введенні в роботу нового обладнання;
- при зміні умов проведення дослідження.

Оцінювання невизначеності вимірювань за даними внутрішньо-лабораторного оцінювання придатності та контролю якості.

Методика обрахунку розширеної стандартної невизначеності згідно документу «Настанова з оцінювання невизначеності вимірювання результатів кількісних випробувань. Технічний звіт EUROLAB №1/2006// Пер. з англ. Київ, Євролаб-Україна, 2008».

Однією з різновидностей невизначеності вимірювання відповідно до GUM є розширена невизначеність:

$$U = k \cdot u_c(y),$$

тобто добуток стандартної невизначеності  $u_c(y)$  на коефіцієнт охоплення  $k$ .

Обчислення розширеної невизначеності передбачає знання закону розподілу результатів вимірювання. Оскільки ця умова зазвичай не виконується, GUM розумно пропонує вибирати значення коефіцієнта охоплення  $k$  між 2 і 3. За умовчанням рекомендується  $k=2$ , яке приблизно відповідає рівню довіри  $p=95\%$ . Згідно до Посібника по застосуванню Рішення 2002/657/EC SANCO/2004/2726-gev 4 грудня 2008, за сумарну стандартну невизначеність приймається внутрішньолабораторна відтворюваність ( $S_R$ ):  $u_c = S_R$ , де

Для перерахунку розширеної невизначеності для іншого рівня концентрацій використовується формула 6 у випадку якщо  $X_2 > X_1$ :

$$U = \left( \frac{U_1}{X_1} \right) \times X_2 \quad (6),$$

де:  $U$  – розширена невизначеність для рівня концентрацій  $X_1$ ;  
 $X_1$  – рівень концентрації, на якому визначалась невизначеність;  
 $X_2$  – отриманий результат, при щоденних дослідженнях.

#### **14. ВИМОГИ БЕЗПЕКИ**

При виконанні вимірювань необхідно дотримуватися правил техніки безпеки, викладених в інструкції по експлуатації газового хроматографа, правил безпечної роботи в хімічній лабораторії, вказаних в «Правилах охорони праці під час роботи в хімічних лабораторіях», затверджених Міністерством надзвичайних ситуацій України від 11.09.2012, № 1192 та зареєстрованих в Міністерстві юстиції України від 25.09.2012 р. за № 1648/21960; «Правил охорони праці в лабораторіях ветеринарної медицини» № 67 від 20.04.1999 р. зареєстрованих в Мінюсті 11.10.99 № 695/3988.

#### **15. СПИСОК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ**

1. Commission Decision (2002/657/EC) of 12 August 2002 implementing Council Directive 96/23/EC concerning the performance of analytical methods and interpretation of results, O.J. Europ. Comm. L 221, 8-36.
2. Наказ МОЗ № 1613 від 16.07.2020 року про затвердження правил додавання вітамінів, мінеральних речовин та деяких інших речовин до харчових продуктів, зареєстрований в Міністерстві юстиції України від 16.09.2020 року за № 891/35174.
3. Настанова з оцінювання невизначеності вимірювання результатів кількісних випробувань. Технічний звіт EUROLAB №1/2006// Пер. Зангл. Київ, Євролаб-Україна, 2008.
4. Глобальний протокол ВООЗ для вимірювання жирнокислотного профілю харчових продуктів з акцентом на моніторинг транс-жирних кислот, що походять з частково гідрогенізованих олій. Женева: Всесвітня Організація Здоров'я; 2020 р. <https://iris.who.int/handle/10665/338049>.
5. Спрощений протокол ВООЗ для вимірювання жирнокислотного

профілю харчових продуктів з акцентом на моніторинг транс-жирних кислот, що походять з частково гідрогенізованих олій. Женева: Всесвітня Організація Здоров'я; 2020 р. <https://iris.who.int/bitstream/handle/10665/366690/9789240071063-eng.pdf?sequence=1>.

6. ДСТУ ГОСТ ИСО 5725-1-6:2005 Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 1-6.

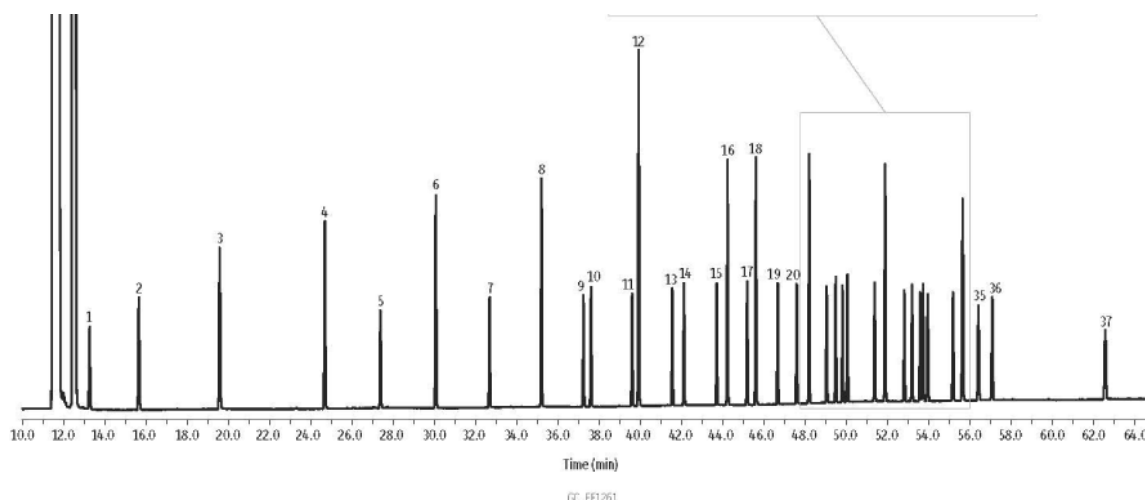
7. ДСТУ ISO 5508-2001 Жири тваринні і рослинні та олії. Аналіз методом газової хроматографії метилових ефірів жирних кислот

8. ДСТУ ISO 5509-2002 Жири тваринні і рослинні та олії. Приготування метилових ефірів жирних кислот.

9. Особливості якісного і кількісного визначення транс-ізомерів жирних кислот у молочних продуктах. Збірник матеріалів XVI Міжнародної науково-практичної конференції професорсько-викладацького складу, аспірантів і студентів «Актуальні проблеми ветеринарної медицини». 2017. С. 56.

10. Perna M, Hewlings S. Saturated Fatty Acid Chain Length and Risk of Cardiovascular Disease: A Systematic Review. *Nutrients*. 2022 Dec 21;15(1):30. doi: 10.3390/nu15010030.

## ДОДАТОК 1



**Хроматограма. Стандартна суміш метилових ефірів жирних кислот 37**  
**COMPONENT FAME MIX**

**О. В. Піщанський,**  
в.о. директора ДНДІЛДВСЕ,

**С. В. Шуляк,**  
завідувач науково-дослідного хіміко-токсикологічного відділу  
ДНДІЛДВСЕ

**Ю. А. Омельчун,**  
начальник лабораторії газової хроматографії науково-дослідного хіміко-  
токсикологічного відділу ДНДІЛДВСЕ

**А. І. Кобиш,**  
старший науковий співробітник лабораторії газової хроматографії  
науково-дослідного хіміко-токсикологічного відділу ДНДІЛДВСЕ

**Н. П. Клочкова,**  
провідний лікар лабораторії газової хроматографії науково-дослідного  
хіміко-токсикологічного відділу ДНДІЛДВСЕ

**Н. В. Курята,**  
заступник директора ДНДІЛДВСЕ

**І. О. Сероштан**  
директор Чернігівської регіональної державної лабораторії ДПСС

**ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ТРАНС-ІЗОМЕРІВ ЖИРНИХ КИСЛОТ В  
ХАРЧОВИХ ПРОДУКТАХ У ВІДСОТКОВОМУ СПІВВІДНОШЕННІ ДО  
ЖИРНОКИСЛОТНОГО СКЛАДУ З ВИКОРИСТАННЯМ МЕТОДУ  
ГАЗОВОЇ ХРОМАТОГРАФІЇ**

**Методичні рекомендації**

В авторській редакції

Підписано до друку \_\_. \_\_. \_\_\_\_ р. Формат \_\_\_\_\_  
Папір друк. №2. Друк офсетний. Ум. друк. арк. \_\_\_\_  
Тираж 100 прим. Зам. №\_\_

Видавець: ПП. «Салон софт»  
Україна, м. Черкаси, вул. Благовісна, 193, оф. 1  
Тел.: 8(0472) 450-109, 328-348  
E-mail: soft\_ckreklama@mail.ru