

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



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

КИЇВ – 2026

Методичні рекомендації розглянуто та затверджено на засіданні Вченої ради Державного науково-дослідного інституту з лабораторної діагностики та ветеринарно-санітарної експертизи (протокол № 5 від 28 липня 2026 року).

Методичні рекомендації затверджено і прийнято до впровадження в практику державних лабораторій Держпродспоживслужби Науково-методичною радою при Державній службі України з питань безпеки харчових продуктів та захисту споживачів (протокол № 25 від 3 серпня 2026 року).

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

Рецензенти:

Лінійчук Н. В. – кандидат ветеринарних наук, завідувач лабораторії рідинної хроматографії 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, заступник директора з наукової роботи 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 : метод. рекомендації (у новій редакції); О. В. Піщанський, Н. В. Курята, С. В. Шуляк, Ю. В. Доброжан, Ю. А. Омельчун, А. І. Кобиш, Н. П. Клочкова, І. О. Сероштан; Київ, ДНДІЛДВСЕ; 2026; 24 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 Н6 – Ветеринарна медицина та фахівців інших лабораторій.

©ДНДІЛДВСЕ, 2026

ЗМІСТ

ВСТУП	4
1. ЗАГАЛЬНІ ПОЛОЖЕННЯ	4
2. ГАЛУЗЬ ЗАСТОСУВАННЯ	5
3. СКОРОЧЕННЯ	5
4. ПРИНЦИП МЕТОДУ	6
5. ВИМОГИ ДО КВАЛІФІКАЦІЇ СПЕЦІАЛІСТІВ	6
6. УМОВИ ВИКОНАННЯ ВИМІРЮВАНЬ	6
7. ХАРАКТЕРИСТИКИ ОЦІНКИ ПРИДАТНОСТІ МЕТОДУ	6
8. РЕАКТИВИ ТА ДОПОМІЖНІ МАТЕРІАЛИ	7
9. ЗАСОБИ ВИМІРЮВАЛЬНОЇ ТЕХНІКИ, ДОПОМІЖНЕ ОБЛАДНАННЯ	7
10. ПІДГОТОВКА ДО ВИКОНАННЯ ВИМІРЮВАНЬ	8
11. ВИКОНАННЯ ВИМІРЮВАНЬ	9
12. РОЗРАХУНОК І ІНТЕРПРЕТАЦІЯ РЕЗУЛЬТАТІВ	13
13. ОЦІНКА ПРИДАТНОСТІ МЕТОДУ	17
14. ВИМОГИ БЕЗПЕКИ	19
15. СПИСОК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ	20
ДОДАТОК 1	23

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

Трансжирні кислоти (ТЖК) – 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 частково гідрогенізовані жири (промислово вироблені) є основним джерелом трансжирних кислот у раціоні людей.

Результати наукових досліджень вказують, що часте споживання їжі з високим вмістом трансжирних кислот є фактором ризику виникнення серцево-судинних захворювань і смертей від ішемічної хвороби серця [4, 5].

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 вмісту транс-ізомерів в промислово виготовлених жирах, і на даний час маргарин, шортенінг та інші 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 харчовій продукції обмежено вміст трансжирів до 2 г на 100 г жиру в продукті.

Щодо продукції з природним вмістом ТЖК, яка не має жодних інших доданих складників (м'ясо жуйних тварин, молоко, масло, сметана, сир твердий та м'який), то у випадку використання її в подальшій переробці, вміст трансжирів може визначатися з інформативною метою.

2. ГАЛУЗЬ ЗАСТОСУВАННЯ

Методика призначена для якісного та кількісного вимірювання жирнокислотного складу у харчових продуктах за допомогою хроматографічного аналізу метилових ефірів жирних кислот (МЕЖК) та визначення вмісту транс-ізомерів 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 [8, 11, 12, 17].

5. ВИМОГИ ДО КВАЛІФІКАЦІЇ СПЕЦІАЛІСТІВ

Для виконання хроматографічних вимірювань і обробки їх результатів допускаються фахівці, що мають другий (магістерський) рівень освіти за спеціальністю Н6 – 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 ($18^{\circ}\text{C} - 28^{\circ}\text{C} \pm 2$);
- 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 см³ 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. п - 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 ексикаторі.
 - 8.11. Деіонізована вода для хроматографії.
 - 8.12. Калію гідроксид, х.ч.
- Готують розчин КОН з концентрацією 2 моль/дм³ (11,2±0,1 г КОН змішують зі 100 см³ 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 сек, 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/ПІД).

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: від 30 °C до 99 °C.

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 аналогічне вищевказаним за метрологічними і технічними характеристиками та 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 та мають короткий термін придатності (наприклад, готові страви) 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°C до 8°C для олій), або в морозильній камері (при температурі приблизно від мінус 18°C до мінус 15°C, 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, 14].

10.2. Підготовка зразку до проведення досліджень

Для подальшого дослідження гомогенізують весь зразок.

Одну частину гомогенізованого зразку поміщають в пакети для відбору проб (9.7), наклеюють ідентифікаційний номер і зберігають в холодильнику за температури 2-8°C (жири, олії), або в морозильній камері за температури мінус 18°C

(готові до вживання продукти) до закінчення проведення випробувань, а іншу частину зразку використовують для подальшого дослідження.

11.ВИКОНАННЯ ВИПРОБУВАНЬ

11.1. Вилучення жиру з досліджуваного зразку

11.1.1. Екстрагування розчинником (крім маргарину/спреду)

Відбирають приблизно 20 г зразку (або 80 г, якщо зразок з низьким вмістом жиру), переносять в скляну колбу на 250 см³ (8.2) та додають 50 см³ петролейного ефіру, 50 см³ діетилового ефіру і 10 см³ 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 см³ (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 см³ (8.2) зі скляною пробкою.

Додають 50 см³ петролейного ефіру і 50 см³ діетилового ефіру (50:50) та ретельно струшують до розчинення проби маргарину/спреду.

Вміст колби переносять в ділильну лійку на 250 см³. Додають 50 см³ 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), заповнений 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 см³, розчиняють в 5 см³ н-гексану або н-гептану та додають 0,5 см³ 2 М розчину КОН (8.12). Інтенсивно 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 см³, яка містить 1 г сульфату натрію б/в, додають приблизно 5 см³ н-гексану, щоб загальний об'єм склав 10 см³ і також інтенсивно струшують. Відбирають верхній гексановий шар та 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 [7, 13, 19, 23].

Таблиця 2

Конфігурація та режим роботи

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

Таблиця 3

Програмований температурний режим

Початок °C/хв	Температура, °C	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 за хроматографічного аналізу

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 роздільна здатність R 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

Δ – 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 мм³ 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 вміст окремо кожної з жирних кислот від загальної їх 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% (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 незначні відхилення, проводять кондиціювання хроматографічної системи, обслуговування інжектора (заміну септи, лайнера (скляної вставки, тощо).

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 аналіту.

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

$$W_{FAMEi} = (A_i \times F_{FAi} \times R_i / S_{МЕЖК}) \times 100, \quad (4)$$

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 (табл. 4), вираховують вміст ТЖК (C18:1, C18:2, C18:3) підсумувавши їх:

$$\text{вміст ТЖК, \%} = \% \text{ C18:1} + \% \text{ C18:2} + \% \text{ C18:3}.$$

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 скориставшись зсилкою на сайт BOO3: https://cdn.who.int/media/docs/default-source/nutritionlibrary/replace-transfat/fattyacid-calculation-spreadsheet-who-simplified-protocol.xlsx?sfvrsn=8b9c6f9d_3.

Таблиця 5

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	Міристеїнова	1,0354	0,9417
C14:1c	Міристоїнова	1,0354	0,9417
C15:0	Пентадеканова	1,0308	0,9453
C15:1t	транс-10-Пентадеценова	1,0227	0,9449
C15:1c	Пентадеценова	1,0227	0,9449
C16:0	Пальмітинова	1,0193	0,9481
C16:1t	транс-Пальмітеїнова	1,0117	0,9477
C16:1c	Пальмітоїнова	1,0117	0,9477
C17:0	Маргарінова	1,0091	0,9507
C17:1t	транс-10-Гептадеценова	1,0019	0,9503
C17:1c	Гептадеценова	1,0019	0,9503

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
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 Ейкозотрієнова	0,9663	0,9562
C20:3 (n6)	cis-8,11,14 Ейкозатрієнова	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_i визначається за формулою 5:

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

де: m_i – маса МЕЖК_i в референтній суміші;

Σm – сукупність мас різних компонентів, виражена як МЕЖК суміші для порівняння.

Виходячи з хроматограми референтної суміші, обчислюють відсоток за площею для МЕЖК_i за формулою 6:

$$w_i = (A_i / \Sigma A) \times 100, \quad (6)$$

де: A_i – це площа МЕЖК_i в референтній суміші;

ΣA – це сума усіх площ усіх МЕЖК референтної суміші.

Тоді, коригувальний коефіцієнт розраховується за формулою 7:

$$F_{FAi} = (m_i \times \Sigma A) / (A_i \times \Sigma m), \quad (7)$$

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 6.

Характеристики оцінювання придатності методу

№ п/п	Назва показника	Межа кількісного виявлення, %	Повторювані сть (Sr),%	Внутрішньо- лабораторна відтворюва- ність (Sr), %	Розширена невизначе - ність (U), %
1	2	3	4	5	6
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 [6].

13.1. Оцінювання невизначеності випробувань.

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

Оцінювання невизначеності методу необхідно проводити:

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

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» розглядає варіант оцінювання невизначеності вимірювань за даними внутрішньо-лабораторного оцінювання придатності методу та контролю якості.

Однією з різновидностей визначення невизначеності вимірювання відповідно до GUM є розширена невизначеність (8):

$$U = k \cdot u_c(y), \quad (8)$$

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-rev 4 грудня 2008, за сумарну стандартну невизначеність приймається внутрішньолабораторна відтворюваність.

$$u_c = S_R, \quad (9)$$

де: S_R – внутрішньолабораторна відтворюваність.

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

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

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. з англ.; 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. Придатність аналітичних методів для конкретного застосування Настанова для лабораторій з валідації методів та суміжних питань; за ред. Б. Магнуссона та У. Ернемарка: переклад другого видання 2014 р.; К.: ТОВ "Юрка Любченка", 2016; 92 с.
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. (2017). 36. матер. XVI Міжнар. наук.-практ. конф.

професорсько-викладацького складу, асп. і студентів: *«Актуальні проблеми ветеринарної медицини»*; НУБіП України, м. Київ, 2017; 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.

11. ДСТУ ISO 15304:2007 Жири тваринні і рослинні та олії. Визначення вмісту транс-ізомерів жирних кислот у рослинних жирах та оліях методом газової хроматографії (ISO 15304:2002, IDT).

12. ДСТУ ISO 15884/IDF 182:2008 Жир молочний. Метод приготування метилових ефірів жирних кислот (ISO 15884:2002/IDF 182:2002, IDT).

13. ДСТУ ISO 15885/IDF 184:2008 Жир молочний. Визначення жирнокислотного складу методом газорідинної хроматографії (ISO 15885:2002/IDF 184:2002, IDT).

14. ДСТУ ISO 14156:2005 (IDF 172:2001) Молоко та молочні продукти. Методи екстрагування ліпідів та ліпорозчинних сполук (ISO 14156:2001, IDF 172:2001, IDT).

15. ДСТУ EN ISO 16958:2022 (EN ISO 16958:2020, IDT; ISO 16958:2015, IDT) Молоко, молочні продукти, суміші для немовлят і харчування для дорослих. Визначення складу жирних кислот. Метод капілярної газової хроматографії.

16. ДСТУ EN ISO 12966-1:2019 Жири тваринні і рослинні та олії. Газова хроматографія метилових ефірів жирних кислот. Частина 1: Настанови щодо сучасної газової хроматографії метилових ефірів жирних кислот (EN ISO 12966-1:2014, IDT; ISO 12966-1:2014, IDT).

17. ДСТУ EN ISO 12966-2:2019 Жири тваринні і рослинні та олії. Газова хроматографія метилових ефірів жирних кислот. Частина 2: Готування метилових ефірів жирних кислот (EN ISO 12966-2:2017, IDT; ISO 12966-2:2017, IDT).

18. ДСТУ EN ISO 12966-3:2019 Жири тваринні і рослинні та олії. Газова хроматографія метилових ефірів жирних кислот. Частина 3: Готування метилових ефірів жирних кислот з використанням триметилсульфонію гідроксиду (EN ISO 12966-3:2016, IDT; ISO 12966-3:2016, IDT).

19. ДСТУ EN ISO 12966-4:2019 Жири тваринні і рослинні та олії. Газова хроматографія метилових ефірів жирних кислот. Частина 4: Визначення методом капілярної газової хроматографії (EN ISO 12966-4:2015, IDT; ISO 12966-4:2015, IDT).

20. ISO 12966-1:2014 Animal and vegetable fats and oils — Gas chromatography of fatty acid methyl esters. Part 1: Guidelines on modern gas chromatography of fatty acid methyl esters.

21. ISO 12966-2:2017 Тваринні та рослинні жири та олії — Газова хроматографія метилових естерів жирних кислот. Частина 2: Отримання метилових естерів жирних кислот.

22. ISO 12966-3:2016 Animal and vegetable fats and oils — Gas chromatography of fatty acid methyl esters. Part 3: Preparation of methyl esters using trimethylsulfonium hydroxide (TMSH).

23. ISO 12966-4:2026 Animal and vegetable fats and oils — Gas chromatography of fatty acid methyl esters. Part 4: Determination by capillary gas chromatography.

ДОДАТОК 1

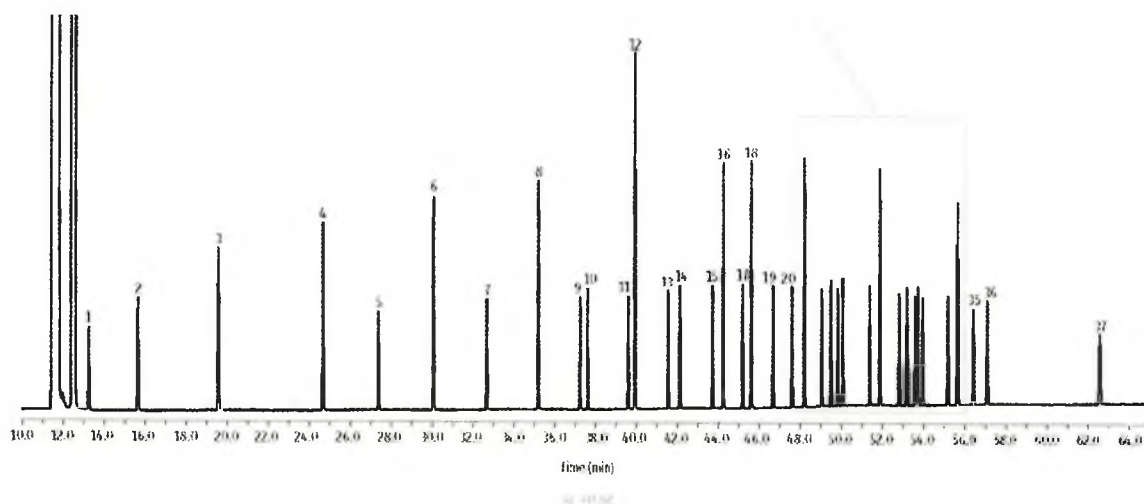


Рис. 1. Хроматограма. Стандартна суміш метилових ефірів жирних кислот 37
COMPONENT FAME MIX

1. Масляна
2. Капронова
3. Каприлова
4. Капринова
5. Ундецилова
6. Лауринова
7. Тридеканова
8. Міристинова
9. Міристолеїнова
10. Пентадеканова
11. Пентадеценнова
12. Пальмітинова
13. Пальмітолеїнова
14. Гептадеканова
15. Гептадеценнова
16. Стеаринова
17. транс - Олеїнова
18. цис - Олеїнова
19. транс - Лінолева
20. цис - Лінолева
21. Арахінова
22. гамма - Ліноленова
23. Ейкозенова
24. альфа - Ліноленова
25. Генейкозанова
26. Ейкозадієнова
27. Бегенова
28. цис-8,11,14-Ейкозотрієнова
29. Ерукова
30. цис-11,14,17-Ейкозотрієнова
31. Трикозанова
32. Арахідонова
33. Лігноцеронова
34. Докозадієнова
35. Ейкозапентаєнова
36. Нервонова
37. Докозагексаснова

Олександр ПІЩАНСЬКИЙ

кандидат ветеринарних наук,
директор Державного науково-дослідного інституту з лабораторної діагностики та ветеринарно-санітарної експертизи (ДНДІЛДВСЕ)

Наталія КУРЯТА

заступник директора – керівник випробувального центру ДНДІЛДВСЕ

Світлана ШУЛЯК

головний фахівець відділу координації лабораторного контролю безпечності харчових продуктів та ветеринарної медицини Управління координації діяльності установ Державної служби України з питань безпечності харчових продуктів та захисту споживачів

Юлія ДОБРОЖАН

кандидат ветеринарних наук, старший дослідник,
завідувач науково-дослідного хіміко-токсикологічного відділу ДНДІЛДВСЕ

Юлія ОМЕЛЬЧУН

доктор філософії (PhD), завідувач лабораторії газової хроматографії науково-дослідного хіміко-токсикологічного відділу ДНДІЛДВСЕ

Антоніна КОБИШ

кандидат ветеринарних наук, старший науковий співробітник
лабораторії газової хроматографії науково-дослідного хіміко-токсикологічного відділу ДНДІЛДВСЕ

Наталія КЛОЧКОВА

молодший науковий співробітник лабораторії газової хроматографії науково-дослідного хіміко-токсикологічного відділу ДНДІЛДВСЕ

Ірина СЕРОШТАН

начальник Управління координації діяльності установ Державної служби України з питань безпечності харчових продуктів та захисту споживачів

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

Методичні рекомендації (у новій редакції)

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, вулиця Михайла Грушевського, будинок 73
Тел.: 8(0472) 450-109, 328-348
<https://soft-ck.business-guide.com.ua>