



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **108767** (13) **U**
(51) МПК (2016.01)
G01N 30/00
G01N 33/04 (2006.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: u 2016 01704	(72) Винахідник(и): Євтушенко Тетяна Вікторівна (UA), Новожицька Юлія Миколаївна (UA), Омельчун Юлія Анатоліївна (UA)
(22) Дата подання заявки: 23.02.2016	
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 25.07.2016	(73) Власник(и): ДЕРЖАВНИЙ НАУКОВО-ДОСЛІДНИЙ ІНСТИТУТ З ЛАБОРАТОРНОЇ ДІАГНОСТИКИ І ВЕТЕРИНАРНО- САНІТАРНОЇ ЕКСПЕРТИЗИ, вул. Донецька, 30, м. Київ, 03151 (UA)
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 25.07.2016, Бюл.№ 14	

(54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ ЖИРНО-КИСЛОТНОГО СКЛАДУ В МОЛОЦІ ТА МОЛОЧНІЙ ПРОДУКЦІЇ МЕТОДОМ ГАЗОВОЇ ХРОМАТОГРАФІЇ

(57) Реферат:

Спосіб визначення активності жирно-кислотного складу у молоці та молочній продукції, при цьому для дослідження беруть 0,5 л рідкого та 0,5 кг твердого підготовленого зразку, екстрагують н-гексаном з подальшим випаровуванням, потім проводять відбирання 60 мг жиру з точністю 0,1 мг, додають 4 см³ н-гексану та 200 мкл метилового розчину гідроксиду калію, струшують 30 с, додають 1 г сірчаноокислого моногідрату, інтенсивно струшують для гідролізу гідроксиду калію з подальшим відбиранням верхнього шару та розведенням н-гексаном і хроматографуванням з використанням полум'яно-іонізаційного детектора.

UA 108767 U

Корисна модель належить до галузі ветеринарної медицини, зокрема до біохімії та токсикології, і може бути використана в роботі науково-виробничих лабораторій.

Спосіб не має зареєстрованих аналогів в Україні.

Задачею корисної моделі є розробка універсального та швидкого способу визначення жирно-кислотного складу (масляної, капронової, каприлової, капринової, деценової, лауринової, міристинової, міристолеїнової, пальмітинової, пальмітолеїнової, стеаринової, олеїнової, лінолевої, ліноленої, арахісової, бегенової кислот) у продукції тваринного походження, суттєве скорочення часу на пробопідготовку, зменшення витрат реактивів, посуду, зниження собівартості способу.

Процедурний підхід до ідентифікації жирно-кислотного складу включає наступні елементи: для дослідження беруть 0,5 л рідкого та 0,5 кг твердого підготовленого зразку екстрагують н-гексаном з подальшим випаровуванням, потім проводять відбирання 60 мг жиру з точністю 0,1 мг, додають 4 см³ н-гексану та 200 мкл метилового розчину гідроксиду калію, струшують 30 с, додають 1 г сірчаноокислого моногідрату, інтенсивно струшують для гідролізу гідроксиду калію з подальшим відбиранням верхнього шару та розведенням н-гексаном і хроматографуванням з використанням полум'яно-іонізаційного детектора.

Конфігурація газового хроматографа Varian CP 3800: генератор водню, автосамплер, інжектор, термостат колонок, полум'яно-іонізаційний детектор готують, згідно з інструкцією з експлуатації приладу, та задають робочі параметри.

Таблиця 1

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 0,25µm
Температура інжектора	Front 1177 Split/Splitless 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
Градiєнт (рухома фаза)	Азот з чистотою 99,9999 %

Таблиця 2

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 3

Час виходу, нормальний діапазон кислот для молочного жиру та кількість жирних кислот в сертифікованому референтному матеріалі

Назва кислоти	Час виходу, хв	Норма для молочного жиру, %	Кількість, %
Масляна	9,5	2,0-4,2	2,4
Капронова	10,00	1,5-3,0	1,7
Каприлова	11,00	1,0-2,0	1,6
Капринова	12,70	2,0-3,5	3,2
Лауринова	15,14	2,0-4,0	3,5

Продовження таблиці 3

Назва кислоти	Час виходу, хв	Норма для молочного жиру, %	Кількість, %
Міристинова	18,05	8,0-13,0	13
Міристолеїнова	19,10	0,6-1,5	0,6
Пальмітинова	21,00	22,0-33,0	30
Пальмітолеїнова	21,76	1,5-2,0	1,6
Стеаринова	23,75	9,0-13,0	12
Олеїнова	24,22	22,0-32,0	22
Лінолева	25,40	3,0-5,5	3
Ліноленова	26,75	до 1,5	0,5
Арахінова	27,10	до 1,3	0,08
Бегенова	27,50	до 0,1	0,05

Час виходу жирних кислот залежить від швидкості потоку, типу колонки та температурного режиму.

- 5 Умови виконання вимірювань підлягають перевірці і, при потребі, корегуванню:
- при переході на інший хроматограф;
 - при заміні колонок;
 - після ремонту вузлів хроматографа, що впливають на чутливість детектора.
- Хроматограф градуують по градувальних розчинах жирних кислот.

10

Таблиця 4

Оцінка придатності методу

Назва кислоти	Кількість, %	Збіжність, Sr, %	Відтворюваність, SR, %	Невизначенність вимірювань, U(p)
Масляна	2,4	7,5	8,3	0,39
Капронова	1,7	7,6	8,0	0,26
Каприлова	1,6	4,6	4,6	0,14
Капринова	3,2	4,9	8,9	0,54
Лауринова	3,5	5,5	5,7	0,38
Міристинова	13	2,5	3,1	0,79
Міристолеїнова	0,6	6,2	12,1	0,13
Пальмітинова	30	0,5	4,6	2,72
Пальмітолеїнова	1,6	2,3	5,8	0,18
Стеаринова	12	2,8	4,2	0,98
Олеїнова	22	1,1	1,2	0,53
Лінолева	3	2,7	6,9	0,41
Ліноленова	0,5	7,6	14,2	0,13
Арахінова	0,08	11,1	11,3	0,016
Бегенова	0,05	10,3	10,7	0,01

Дані наведені в таблиці 4 та 5 свідчать про те, що методика розроблена в ДНДІЛДВСЕ придатна для всіх видів молочних продуктів, даний спосіб є досить чутливим, щоб детектувати дані жирні кислоти.

- 15 Наша методика дозволяє за досить короткий проміжок часу дослідити зразок та одночасно виявити жирні кислоти в молочних продуктах, що значно економить час, реактиви.

Таблиця 5

Участь у міжлабораторних порівняльних дослідженнях (програма Вет-Тест)

№ програми	Найменування матеріалу	Показник	Приписане значення, %	Результат дослідження, %	Z-індекс
1/2015	Молочний жир	Масляна кислота	2,4	2,23	-0,4
2/2015	Молочний жир	Пальмітинова кислота	29,7	29,9	1,1
1/2016	Молочний жир	Стеаринова кислота	11,6	11,4	-0,7

Результати отримані нами під час дослідження референтного матеріалу, є вірогідними і знаходяться в межах приписаного значення. Отже, відпрацьована нами методика виявлення жирних кислот в молочній продукції не поступається методикам, які використовуються в лабораторіях Європейської спільноти.

Джерела інформації:

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. ДСТУ 4834:2007 Молоко та молочні продукти. Правила приймання, відбору та підготовки проб до контролю.

3. Настанова з оцінювання невизначеності вимірювання результатів кількісних випробувань. Технічний звіт EUROLAB № 1/2006// Пер. з англ. Київ, Євролаб-Україна, 2008.

4. COMMISSION REGULATION (EC) № 2074/2005 of 5 December 2005 laying down implementing measures for certain products under Regulation (EC) № 853/2004 of the European Parliament and of the Council and for the organisation of official controls under Regulation (EC) № 854/2004 of the European Parliament and of the Council and Regulation (EC) № 882/2004 of the European Parliament and of the Council, derogating from Regulation (EC) № 852/2004 of the European Parliament and of the Council and amending Regulations (EC) № 853/2004 and (EC) № 854/2004

5. GB 5413.27-2010 Determination of fatty acids in foods for infants and young children, milk and milk products

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб визначення активності жирно-кислотного складу у молоці та молочній продукції, при цьому для дослідження беруть 0,5 л рідкого та 0,5 кг твердого підготовленого зразку екстрагують н-гексаном з подальшим випаровуванням, потім проводять відбирання 60 мг жиру з точністю 0,1 мг, додають 4 см³ н-гексану та 200 мкл метилового розчину гідроксиду калію, струшують 30 с, додають 1 г сірчанокислого моногідрату, інтенсивно струшують для гідролізу гідроксиду калію з подальшим відбиранням верхнього шару та розведенням н-гексаном і хроматографуванням з використанням полум'яно-іонізаційного детектора.

Комп'ютерна верстка А. Крижанівський

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Василя Липківського, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут інтелектуальної власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601