УДК/UDC: 664:665.3 DOI 10.21323/2618–9771–2018–1–4–27–41

Оригинальная научная статья

К ВОПРОСУ ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАСТИТЕЛЬНЫХ ЖИРОВ В ПИЩЕВОЙ ПРОДУКЦИИ

Утьянов Д.А.,[1]* Куликовский А.В.,[1] Вострикова Н.Л.,[1] Иванкин А.Н.[1,2]

[1] Федеральный научный центр пищевых систем им. В.М. Горбатова РАН, Москва, Россия

[2] Московский государственный технический университет (национальный исследовательский университет) им. Н.Э. Баумана, Москва, Россия

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА: жирно-кислотный состав, пищевая продукция, растительные жиры, животные жиры, холестерин, фитостерины

Ужесточающийся контроль за качеством и безопасностью пищевой продукции приводит к расширению списка нормируемых показателей и нормативной базы методов исследований. Не смотря на отсутствие установленных норм и требований к жирно-кислотному составу (ЖКС) мясной продукции и содержанию в ней растительных жиров, были разработаны методики определения ЖКС и жиров растительного происхождения. Приведенные подходы к подготовке проб позволяют максимально быстро и эффективно экстрагировать из образца анализируемые вещества, а возможности современного аналитического оборудования позволяют определять даже в следовые количества. Нижний предел определения растительных жиров составляет от 1,0 мг/кг. Ионизация электронным ударом, при котором молекула определяемого вещества распадается на характерные дочерний ионы, а так же использование библиотеки масс-спектров исключают получение недостоверных или ложноположительных результатов.

Original scientific paper

DETERMINATION OF VEGETABLE FATS IN FOOD PRODUCTS

Dmitry A. Utyanov,*[1] Andrey V. Kulikovskii,[1] Nataliya L. Vostrikova,[1] Andrey N. Ivankin[1,2]

[1] V.M. Gorbatov Federal Research Center for Food Systems of Russian Academy of Sciences, Moscow, Russia

[2] Bauman Moscow State Technical University, Moscow, Russia

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА: fat-acid composition, food products, vegetable fats, animal fats, cholesterol, phytosterols

Tightening control over the quality and safety of food products leads to an expansion of the list of standardized indicators and the regulatory framework of research methods. Despite the lack of established standards and requirements for fatty acid composition (FAC) of meat products and the content of vegetable fats in it, methods have been developed for determining FAC and vegetable fats. The presented approaches to sample preparation make it possible to extract analytes from a sample as quickly and efficiently as possible, and the capabilities of modern analytical equipment make it possible to determine even trace amounts. The lower limit of determination of vegetable fats is 1.0 mg / kg. Ionization by electron impact, in which the molecule of the analyte breaks down into characteristic daughter ions, as well as the use of a library of mass spectra exclude obtaining false or false-positive results.

1. Введение

В настоящее время жировая фаза пищевых продуктов исследуется с помощью различных методов хроматографии (высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ), газовая хроматография (ГХ), метод хромато-масс-спектрометрии, оптической спектроскопии, флуоресцентного и дифференциально-термического анализа). Однако наиболее оптимальной является метод газовой хроматографии ввиду его высокой чувствительности и степени автоматизации [1].

Тенденции европейской лабораторной практики в области фальсификации и безопасности продуктов питания, свидетельствуют о постоянном расширении списка контролируемых показателей. Развитие аналитической аппаратуры не только не снимает проблему качества выполняемых анализов, но, напротив, предъявляет все более высокие требования во всех аспектах проведения анализов. Это относится как к процессу пробоподготовки, так и к приборной идентификации. Особенно активно в настоящее время развиваются и внедряются в практику аналитических лабораторий методы с масс-спектрометрической идентификацией, появляются новые источники ионизации. Основными преимуществами хромато-масс-спектрометрии являются: чувствительность; селективность; высокая достоверность результатов; простота пробоподготовки; возможность анализа разных классов соединений; возможность библиотечного поиска неизвестных соединений. Данные методы и в частности газовая хромато-масс-спектрометрия активно используется и в практике отечественных лабораторий [2].

Возможности анализа разных классов соединений особенно актуальны для исследований в области фальсификации продукции животного происхождения растительной продукцией. Так при фальсификации продукции растительными жирами в нее попадают фитостерины — стерины растительного происхождения. И, несмотря на существующие свидетельства о том, что они способны уменьшать уровень холестерина у человека, существует ряд исследований, доказывающих их неоднозначное влияние на организм человека, в частности фитостерины увеличивают риск появления сердечно-сосудистых заболеваний.

Поэтому, учитывая учащающиеся случаи добавления растительных жиров в животную продукцию в том числе с целью фальсификации, необходимы методы качественного и количественного обнаружения фитостеринов и определения жирно-кислотного состава продукта.

ДЛЯ ЦИТИРОВАНИЯ: Утьянов Д.А., Куликовский А.В., Вострикова Н.Л., Иванкин А.Н. К вопросу определения растительных жиров в пищевой продукции. Пищевые системы. 2018; 1(4): 27–41. DOI: 10.21323/2618–9771–2018–1–4–27–41

FOR CITATION: Utyanov D.A., Kulikovskii A.V., Vostrikova N.L., Ivankin A.N. Determination of vegetable fats in food products. *Food systems.* 2018; 1(4): 27–41. (In Russ.). DOI: 10.21323/2618–9771–2018–1–4–27–41

2. Материалы и методы

Жирно-кислотный состав (ЖКС) продукта и содержание фитостеринов определяли на газовом хроматографе HP 7890A Agilent Technologies (USA) с капиллярной колонкой HP–5MS диаметром 0,25 мм, длиной 30 м, с толщиной слоя неподвижной фазы 0,25 мкм с масс-селективным детектором (МСД) 5975C VLMSD Agilent Technologies (USA).

Подготовка проб для определения ЖК состава молочных продуктов проводилась по ГОСТ 31665–2012 «Масла растительные и жиры животные. Получение метиловых эфиров жирных кислот».

Подготовка проб для определения ЖК состава мясных продуктов проводилась по ГОСТ Р 55483–2013 «Мясо и мясные продукты. Определение жирно-кислотного состава методом газовой хроматографии»

Навеску образца 1 г обрабатывали в течение 8 часов смесью 12 мл хлороформа с 10 мл метанола в присутствии 1 %-ного раствора KCl для растворения химических компонентов, экстракт фильтровали через бумагу. 1 мл экстракта, содержащего около 0,1 г сухого остатка смешивали с 5 мл 15 %-ного раствора ацетилхлорида в метаноле, выдерживали в течение 2 ч при 100 °C в герметично запаянной стеклянной ампуле в атмосфере аргона и нейтрализовали добавлением насыщенного раствора KOH в метаноле до pH раствора 5,0–6,0. К смеси добавляли 3 мл насыщенного водного раствора NaCl и 6 мл гексана, оставляли на 30 мин и отбирали для анализа 0,5 мл из прозрачного гексанового слоя, содержащего метилированные и неметилированные формы анализируемых веществ.

Для анализа стеринов используется подготовка проб, позволяющая полностью гидролизовать жир в продукте, а для экстракции стеринов из гидролизата используется диэтиловый эфир, т.к. стерины по химической природе являются полярными спиртами. Упаривание эфира на роторном испарителе (Heidolph Laborota 4003 control, скорость вращения от 20 до 270 об/мин, моторизированный подъем бани до 140 мм со скоростью 18 мм/сек, мощность нагрева 1300 Вт, температура нагрева бани от 20 до 180 °C, объем бани 1200 см^2) и перерастворение в меньшем объеме позволяет сконцентрировать следовые количества стеринов.

Подготовка пробы осуществлялась следующим образом. Отбирали 1 мл экстрагированного [3] жира и 10 мл KOH в метаноле. Проводят гидролиз на водяной бане в течение 10–15 минут при температуре 80 °C. После гидролиза в центрифужную пробирку добавляют 30 мл дистиллированной воды и 20 мл эфира, перемешивают, сливают в делительную воронку вместимостью 500 см^3 и дают отстояться. При метилировании в таких условиях стерины не разрушаются, а переходят в эфирный раствор вместе с метиловыми эфирами. После расслаивания нижний водно-спиртовой слой сливают в коническую колбу и помещают в еще одну делительную воронку с добавлением 20 мл эфира. Встряхивают и дают отстояться. Верхний эфирный слой присоединяют к эфирному экстракту в первой делительной воронке. Эфирный экстракт промывают дистиллированной водой порциями по 50 см^3, отбрасывая нижний водный слой, повторяя данную процедуру трижды. Промытый эфирный экстракт фильтруют в круглодонную колбу вместимостью 250 см^3 через складчатый фильтр со слоем безводного сернокислого натрия (10–15 г), помещенный в коническую воронку. Эфир выпаривают на роторном испарители при температуре не выше 30 °C под вакуумом. Сухой остаток растворяют в 1 мл метанола и переносят в виалу.

Условия хроматографирования на капиллярной колонке HP–5MS: газ-носитель — гелий, скорость потока 1 мл/мин, температура инжектора в режиме без деления потока 250 °C, начальная температура термостата колонки 100 °C в течение 2 мин, программируемый нагрев от 100 °C до 290 °C со скоростью 20 °C/мин, изотерма при температуре 290 °C до 25 мин, время анализа компонентов 25 мин, объем автоматически вводимой пробы 1 мкл. Параметры идентификации: температура источников ионов 230 °C, температура квадруполя 150 °C, энергия электронов 70 эВ, детектирование в режиме сканирования полного масс-спектра в диапазоне масс от 33 до 1050 атомных единиц массы (а.е.м.).

Для расчета содержания веществ использовали автоматическую базу поиска и идентификации данных хромато-масс-спектрометрии NIST08 MS Library [4] с вероятностью соотнесения пиков более 80 %. Результаты определения обрабатывали с использованием методов математической статистики.

3. Результаты и обсуждение.

На Рис. 1 представлена хроматограмма разделения градуировочной смеси Supelco 37 FAME MiX, содержащей 37 жирных кислот (ЖК). Как видно из представленной хроматограммы селективное разделение 37 ЖК возможно в течение более чем 40 мин. При этом зная порядок выхода для анализа ЖК не требуется наличие индивидуальных ЖК.

При анализе ЖКС существует проблема определения в первую очередь низкомолекулярных наиболее летучих ЖК, таких как масляная и капроновая [5]. Масляная ЖК имеет температуру кипения ниже, чем используемый для перерастворения гексан. Вследствие чего сначала на хроматограммме выходит масляная кислота, после гексан и капроновая кислота, но т.к. пик гексана наиболее интенсивный в период его выхода необходимо отключить детектор, а после включить снова. Особенно это касается масс-спектрометрической идентификации ЖК, т.к. выход растворителя на работающем детекторе способен вывести из строя филамент масс-спектрометра (Рис. 2).

Помимо этого при анализе ЖКС имеется две критические пары разделения ЖК, а именно линолевая и олеиновая и олеиновая и ее изомер элаидиновая. Увеличение времени анализа до 45 мин и использование более плавного температурного градиента печи газового хроматографа позволяет решить данную проблему. На Рис. 3 представлена хроматограмма полного разделения линолевой и олеиновой ЖК. Для скринингового анализа ЖКС возможно уменьшение времени анализа за счет значительно более резкого температурного градиента печи хроматографа. В таком случае возможно проведение анализа 37 ЖК за 20 мин. Однако это влияет на качество измерения и воспроизводимость результата.

Так в случае анализа 37 ЖК значительно хуже идет разделение критической пары линолевая и олеиновая. Транс изомер элаидиновая не делится от олеиновой и может быть посчитана только по сумме. Таким образом данный метод не позволяет обнаружить транс-изомеры ЖК, однако имеет право на существование так как позволяет быстро определить фальсификацию молочного жира коровьего молока по ЖКС [6]. Для целей нормирования маргариновой продукции и растительных жиров по ЖКС рекомендуется к применению метод разделения ЖК за 45 мин.

Так как жирные кислоты в нативном виде содержатся в форме триглицеридов, необходим гидролиз пробы и последующее метилирование для придания летучести ЖК. Для подготовки проб по определению ЖКС возможно использование трех видов метилирования. ГОСТ 31665–2012 «Масла растительные и жиры животные. Получение метиловых эфиров жирных кислот» предполагает метилирование метилатом натрия или метанольным раствором гидроокиси калия [7]. ГОСТ Р 55483–2013 «Мясо и мясные продукты.

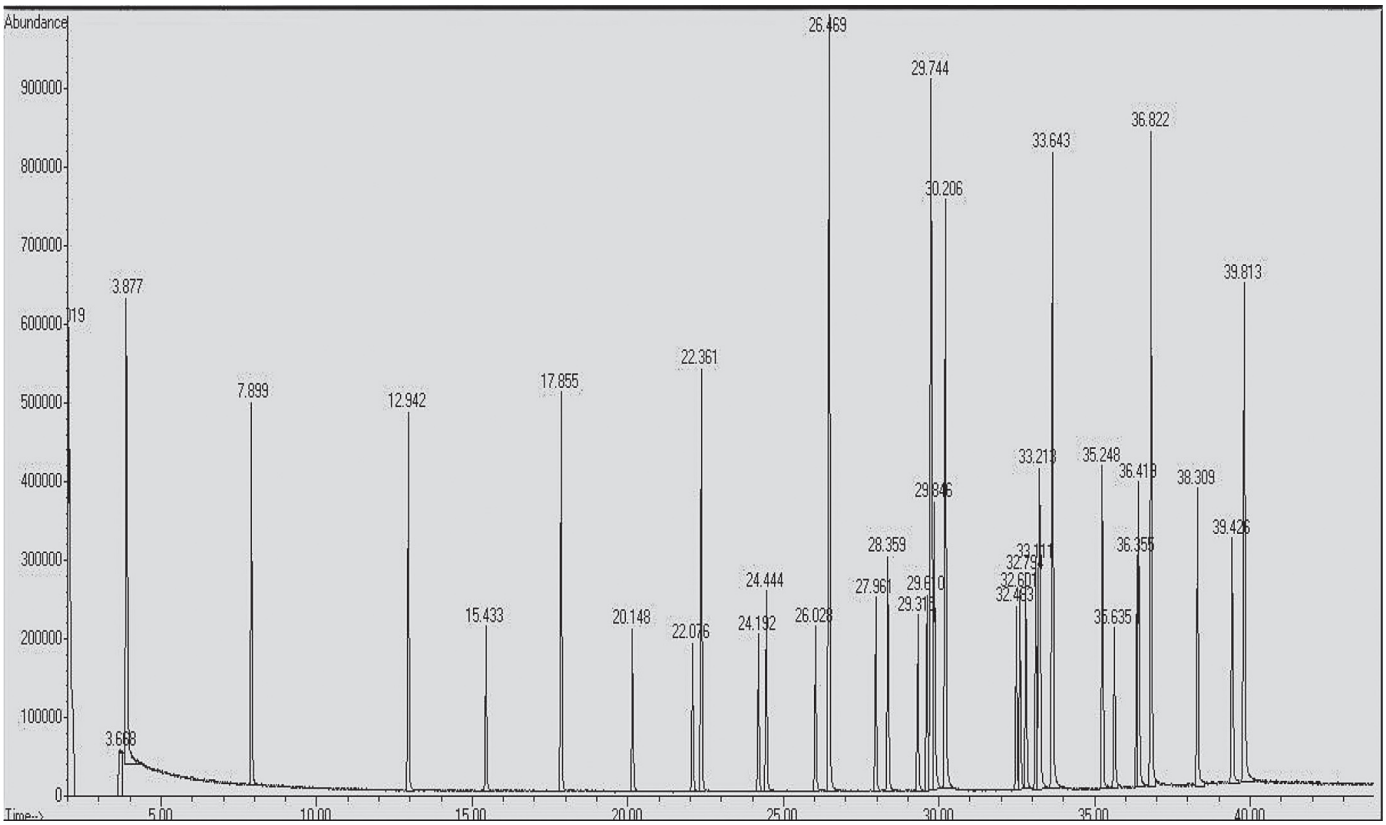

Рис. 1. Хроматограмма разделения смеси, содержащей 37 ЖК

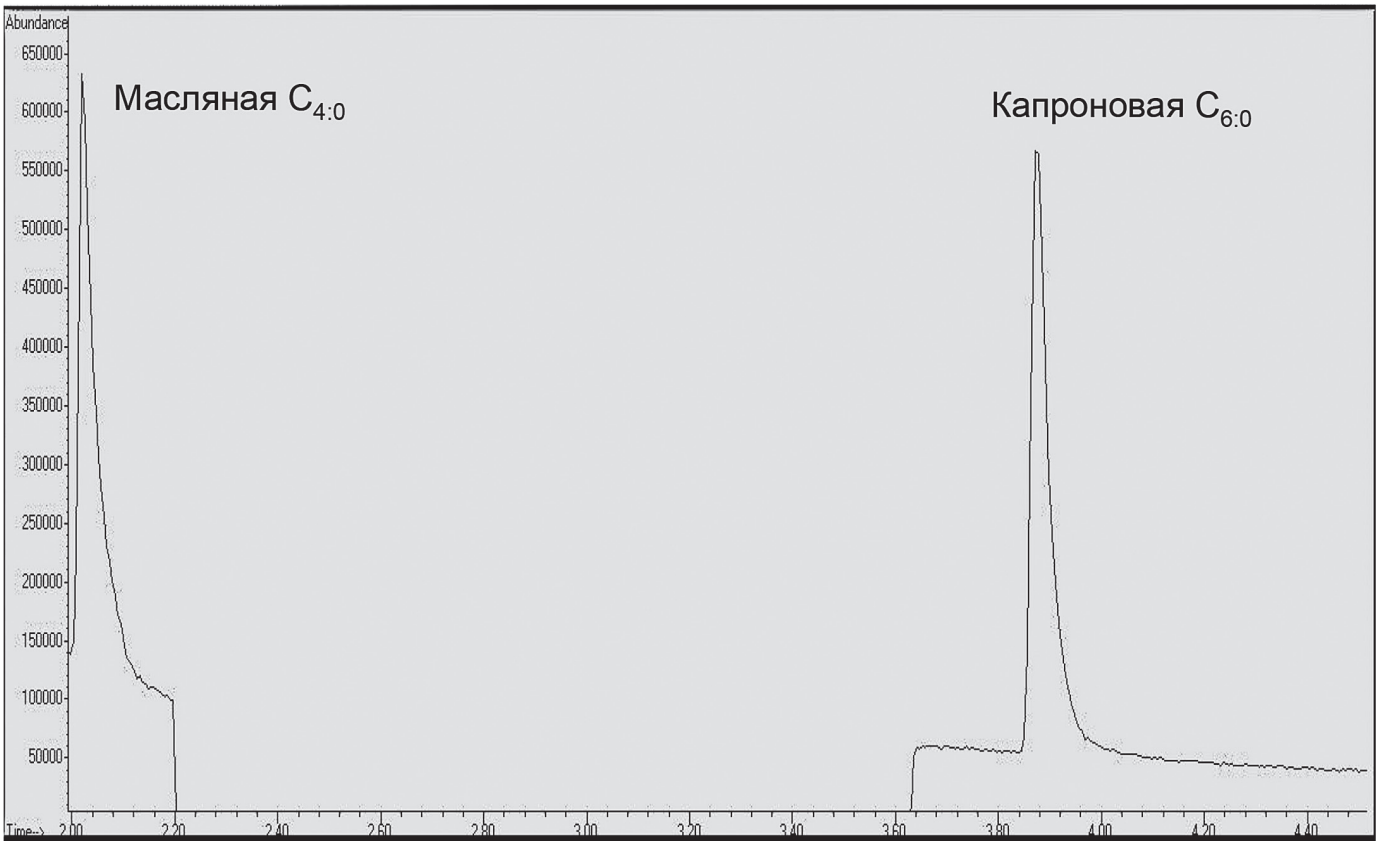

Рис. 2. Хроматограмма разделения масляной и капроновой ЖК на HP — 5MS (19091S) 30m x 0,25mm x 0,25mkm

Определение жирно-кислотного состава методом газовой хроматографии» позволяет проводить метилирование с использованием ацетилхлорида [8]. Метилирование метилатом натрия позволит определить, путем переэтерификации, жирнокислотный состав лишь тех ЖК, которые связаны с глицерином, а вот свободные ЖК нужно метилировать отдельно. Поэтому получение метиловых эфиров жирных кислот из триглицеридов переэтерификацией с метанольным раствором гидроокиси калия является оптимальным [9,10].

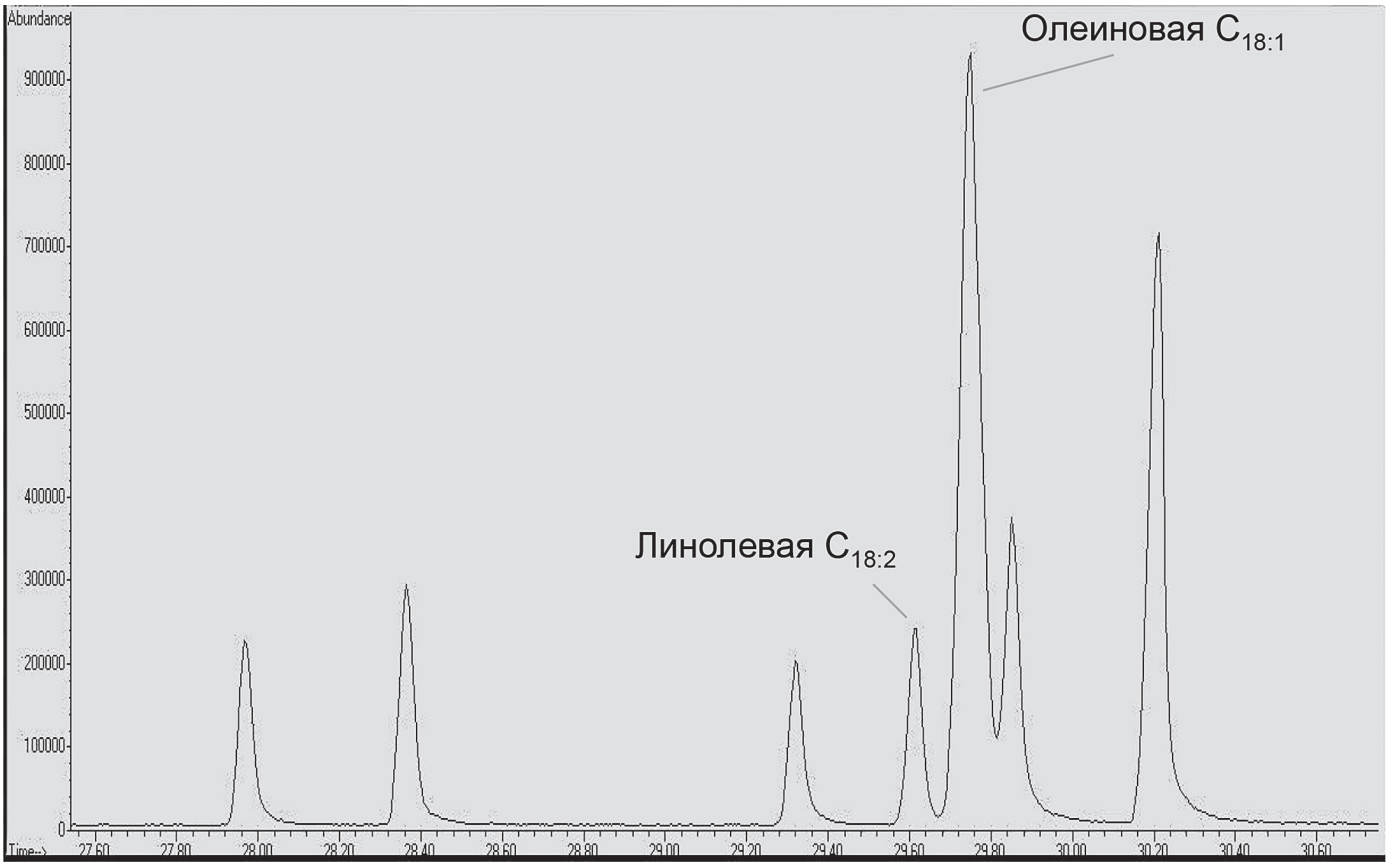

Рис. 3. Хроматограмма разделения линолевой и олеиновой ЖК за 45 мин.

Использование в составе продукта растительных жиров и масел безусловно влияет на ЖКС. Наиболее характерно это выражено для низкомолекулярных ЖК и таких ЖК, которые являются индикатором фальсификации. В первую очередь это миристиновая и линолевая. Дело в том, что при фальсификации молочной продукции растительными маслами доля миристиновой неуклонно уменьшается, а доля линолевой увеличивается пропорционально количеству растительного компонента. Однако эта тенденция не характерна для лауриновой ЖК, так при фальсификации кокосовым маслом ее доля будет расти, а при фальсификации пальмовым падать. Поэтому наиболее индикаторными будут именно миристиновая и линолевая ЖК [11].

В Табл. 1 представлен ЖКС для продукта с содержанием растительных жиров более 20 %. Как видно тенденция по увеличению линолевой и уменьшению миристиновой ЖК сохраняется. Исходя из приведенных данных видно, что замена молочного жира на жиры немолочного происхождения оказывает существенное влияние на ЖКС. При этом изменения касаются всех основных жирных кислот.

В Табл. 2 представлен ЖКС продукта с содержанием растительных жиров более 90 %. Доля миристиновой менее 1 %, при этом доля линолевой близка к содержанию пальмитиновой и олеиновой (около 30 %).

В Табл. 3 представлен пример корреляции ЖКС и содержания стеринов. Тенденция по содержанию миристиновой ЖК/ линолевой ЖК/ b-ситостерина сохраняется. Таким образом доказано, что при фальсификации молочной продукции растительными маслами доля миристиновой неуклонно уменьшается, а доля линолевой увеличивается пропорционально количеству растительного компонента. Объективно установлено, что наличие b-ситостерина более 2 % от доли холестерина говорит о присутствии растительных жиров и масел в продукте.

Таблица 1

Жирнокислотный состав молочного продукта фальсифицированного растительными жирами в сравнении с установленными нормами

Наименование показателя	Фактические значения	Жирнокислотный состав молочного жира коровьего молока по ГОСТ 32261–2013
Жирнокислотный состав (массовая доля % от суммы жирных кислот)		
Масляная $C_{4:0}$	0,1	2,4–4,2
Капроновая $C_{6:0}$	0,13	1,5–3,0
Каприловая $C_{8:0}$	0,05	1,0–2,0
Каприновая $C_{10:0}$	0,11	2,0–3,8
Деценовая $C_{10:1}$	0,02	0,2–0,4
Лауриновая $C_{12:0}$	0,4	2,0–4,4
Миристиновая $C_{14:0}$	2,76	8,0–13,0
Миристолеиновая $C_{14:1}$	0,03	0,6–1,5
Пальмитиновая $C_{16:0}$	39,6	21,0–33,0
Пальмитолеиновая $C_{16:1}$	0,35	1,5–2,4
Стеариновая $C_{18:0}$	7,71	8,0–13,5
Олеиновая $C_{18:1}$	36,01	20,0–32,0
Линолевая $C_{18:2}$	12,57	2,2–5,5
Линоленовая $C_{18:3}$	0,04	До 1,5
Арахиновая $C_{20:0}$	0,08	До 0,3
Бегеновая $C_{22:0}$	0,04	До 0,1

Таблица 2

ЖКС молочного продукта с содержанием растительных жиров более 90 %

Наименование показателя	Фактические значения	Жирнокислотный состав молочного жира коровьего молока по ГОСТ 32261–2013
Жирнокислотный состав (массовая доля % от суммы жирных кислот)		
Масляная $C_{4:0}$	0,12	2,4–4,2
Капроновая $C_{6:0}$	0,11	1,5–3,0
Каприловая $C_{8:0}$	0,03	1,0–2,0
Каприновая $C_{10:0}$	0,22	2,0–3,8
Деценовая $C_{10:1}$	0	0,2–0,4
Лауриновая $C_{12:0}$	1,21	2,0–4,4
Миристиновая $C_{14:0}$	0,84	8,0–13,0
Миристолеиновая $C_{14:1}$	0,1	0,6–1,5
Пальмитиновая $C_{16:0}$	29,57	21,0–33,0
Пальмитолеиновая $C_{16:1}$	0,1	1,5–2,4
Стеариновая $C_{18:0}$	5,41	8,0–13,5
Олеиновая $C_{18:1}$	34,28	20,0–32,0
Линолевая $C_{18:2}$	27,56	2,2–5,5
Линоленовая $C_{18:3}$	0,03	До 1,5
Арахиновая $C_{20:0}$	0,29	До 0,3
Бегеновая $C_{22:0}$	0,13	До 0,1

Таблица 3

Корреляция ЖКС и содержания фитостерина в молочном продукте

Миристиновая $C_{14:0}$	5,39	2,76	0,84
Линолевая $C_{18:2}$*	7,4	12,57	27,56
b-ситостерин	4,61	16,15	71,72

Таким образом, определив ЖКС и соотношение жирных кислот, можно сделать вывод о качестве молочного продукта, сравнив полученные результаты со справочными данными из стандартов на продукцию. Допустимы даже небольшие отклонения от приведенных норм, так как сырье животного происхождения не может быть стабильным по своим показателям в принципе, но вот серьезные отклонения будут свидетельствовать о низком качестве продукции или о возможной фальсификации растительными жирами.

Аналогичная ситуация и с ЖКС растительных масел. В соответствующих стандартах на продукцию зачастую приведены справочные данные о ЖКС, поэтому сравнив полученные результаты со справочными можно судить о качестве масла [12]. При серьезных несоответствиях можно предположить было ли это масло фальсифицировано, а при доскональном сравнении с ЖКС других масел, возможно практически точно определить каким маслом был фальсифицирован исследуемый продукт.

Если, определив ЖКС продукта животного происхождения, есть подозрения о фальсификации его растительными жирами, следует подтвердить это исследованием продукта на содержание в нем фитостеринов.

На Рис. 4 показана хроматограмма образца с присутствием фитостеринов. При использовании неселективного ПИД детектора возможно наложение длиноцепочечных ЖК на пики ситостерина/ кампестерина/ стигмастерина. Однако в случае использования газовой хромато-масс-спектрометрии (МС-детектора) ложноположительные и ложноотрицательные результаты исключены. Наличие масс-спектра (целевых и подтверждающих ионов) делает идентификацию качественной и значительно упрощает процедуру подготовки проб, исключая предварительную дериватизацию дигитононом.

Применительно к фитостеринам идентификация по библиотечным масс-спектрам исключает возможность ошибки.

При ионизации электронным ударом (Electron Ionization, EI) в 70 эВ молекула распадается на несколько характерных частей, что даёт дополнительные возможности идентификации и исследования структуры неизвестных веществ. Фрагментация ионов происходит за счет того, что энергия электронов значительно превышает энергию химической связи. Химия фрагментации ионов при электронной фрагментации хорошо изучена, поэтому, зная массы фрагментов и их интенсивности можно предсказать первоначальную структуру вещества. Масс-спектры, полученные с помощью метода электронной ионизации хорошо воспроизводимы, поэтому на сегодняшний день существуют библиотеки (например, NIST), с эталонными масс-спектрами более чем для 210 000 веществ (библиотека NIST11/2011/EPA/NIH) при использовании метода ионизации электронным ударом, зна-

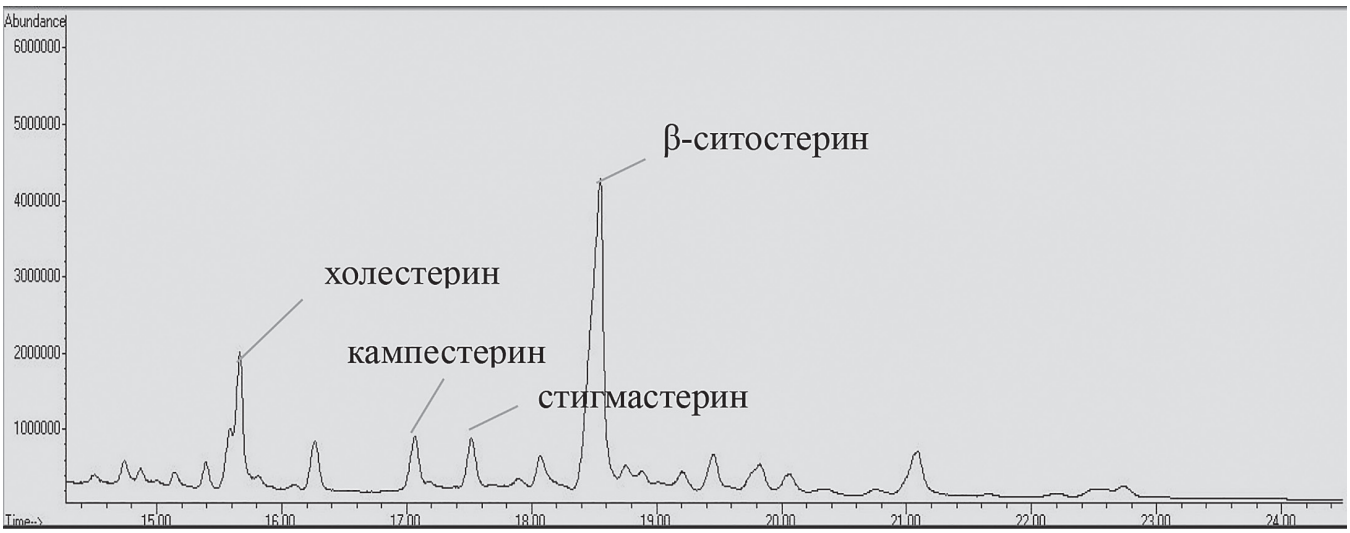

Рис. 4. Хроматограмма образца с фитостеринами

чительно облегчающие качественный анализ. Масс-спектр является уникальным «отпечатком пальца» искомого вещества и исключает ошибки при анализе. Возможности разделения, однозначность качественного анализа делает оптимальной техникой для исследования фитостеринов метод газовой хромато-масс-спектрометрии (ГХ-МС).

На Рис. 5 представлена хроматограмма образца молочного жира, а так же масс-спектры полученного холестерина и из базы данных. Растительные стерины (фитостерины) на хроматограмме не обнаружены, что свидетельствует об отсутствии фальсификации молочного продукта растительными жирами и маслами. Как видно соответствие по ионам холестерина на уровне 99 %. Совпадение масс-спектра более чем на 70 % говорит о качественной идентификации вещества. Высокая чувствительность, возможность хроматографического разделения и качественной идентификации искомых холестерина и фитостеринов, даже в случае присутствия органических примесей в экстракте, позволяет практически полностью исключить ошибки при проведении анализа, и рекомендовать ГХ-МС как достоверный и высокоточный метод идентификации растительных жиров в пищевых продуктах.

На сегодняшний день, масс-спектрометрия является самым мощным, чувствительным, информативным и быстрым методом анализа состава, структуры и количества химических соединений. Широкое внедрение масс-спектрометрических методов в практику контроля качества пищевой продукции позволит выйти на новый инновационный уровень аналитического контроля продуктов питания, что даст производителям полную уверенность в безопасности своего продукта.

Что касается обязательности норм жирно-кислотного состава пищевой продукции, то в наше время обязательными для соблюдения они могут быть только, если установлены в технических регламентах Таможенного Союза. В регламентах такие нормы отсутствуют, в основном информация о ЖКС продукта приведена в качестве справочного приложения в национальном (ГОСТ Р) или межгосударственном (ГОСТ) стандарте на соответствующий продукт или на метод определения ЖКС в этой продукции, что тоже не делает эти нормы обязательными, т.к., не вдаваясь в подробности, в соответствии со 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации» все стандарты пищевой отрасли применяются на добровольной основе.

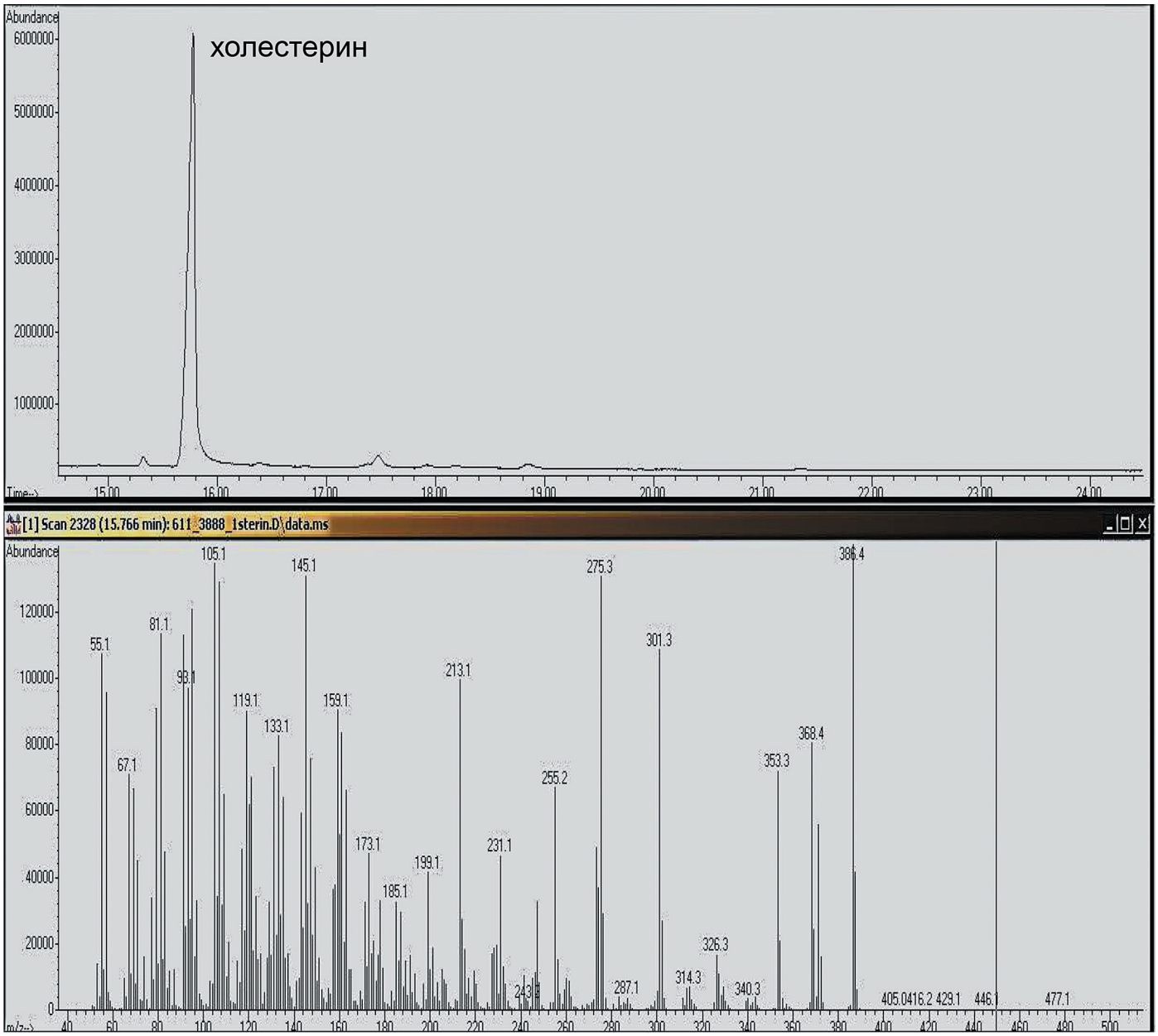

Рис. 5. Хроматограмма образца не фальсифицированного фитостеринами

Отчасти такая ситуация возникла из-за того, что ЖКС продукта невозможно стандартизировать в принципе. Например, ЖКС мяса и мясной продукции, который можно определить по ГОСТ Р 55483–2013 «Мясо и мясные продукты. Определение жирно-кислотного состава методом газовой хроматографии», будет зависеть от множества факторов, основным из которых является вид животного, к второстепенным же можно отнести породу животного, возраст, корм, которым его откармливали и тому подобное. Согласно справочному приложению вышеупомянутого стандарта, в котором, к сожалению, приведен ЖКС жиров только баранины, свинины и говядины, можно сказать, что ЖКС жиров этих животных может сильно отличаться, несмотря на крайне усредненные значения. Основные отличия заключаются в содержании пальмитиновой, олеиновой, стеариновой и линолевой кислот.

Отсутствие нормативных (обязательных) требований к ЖКС приемлемо для мяса и мясной продукции, где ЖКС не является основной характеристикой качества, какой он является для молочной продукции, ведь по ЖКС можно судить не только о качестве молочного продукта, по нему можно предположить, была ли продукция фальсифицирована растительными жирами.

Для примера рассмотрим межгосударственный стандарт ГОСТ 32261–2013 «Масло сливочное. Технические условия». Согласно приложению В стандарта в молочном жире коровьего молока нормируются жирные кислоты, приведенные в Табл. 4.

Таблица 4

Жирно-кислотный состав молочного жира коровьего молока [13]

Наименование жирной кислоты по тривиальной номенклатуре	Массовая доля жирной кислоты, % от суммы жирных кислот
Масляная	2,4–4,2
Капроновая	1,5–3,0
Каприловая	1,0–2,0
Каприновая	2,0–3,8
Деценовая	0,2–0,4
Лауриновая	2,0–4,4
Миристиновая	8,0–13,0
Миристолеиновая	0,6–1,5
Пальмитиновая	21,0–33,0
Пальмитолеиновая	1,5–2,4
Стеариновая	8,0–13,5
Олеиновая	20,0–32,0
Линолевая	2,2–5,5
Линоленовая	До 1,5
Арахиновая	До 0,3
Бегеновая	До 0,1
Прочие	4,0–6,5

Учитывая, что ЖКС приведен молочного жира коровьего молока справедливо говорить, что аналогичные требования должны быть и к ЖКС другой молочной продукции, например, сметана, творог и др. Это подтверждается нормами ЖКС, приведенными в ГОСТ 31453–2013 «Творог. Технические условия» и ГОСТ 31452–2012 «Сметана. Технические условия». Однако в стандартах на творог и молоко не нормируются прочие жирные кислоты. Прочие жирные кислоты не нормируются также и в ГОСТ Р 52253–2004 «Масло и паста масляная из коровьего молока. Общие технические условия», стандарт требования, которого можно назвать условно обязательными для соблюдения, что очень важно, т.к. ЖКС продукции рассчитывается методом нормализации, а это значит, не учет каких-либо обнаруженных жирных кислот повлияет на итоговое значение нормируемых. Поэтому при следующих изменениях или пересмотре этих стандартов, их целесообразно дополнить нормами прочих жирных кислот.

Помимо содержания в молочной продукции перечисленных жирных кислот, важно также и их соотношение (Табл. 5).

Таблица 5

Соотношения метиловых эфиров жирных кислот молочного жира

Соотношения метиловых эфиров жирных кислот молочного жира	Границы соотношения массовых долей метиловых эфиров жирных кислот в молочном жире
Пальмитиновой к лауриновой	от 5,8 до 14,5
Стеариновой к лауриновой	от 1,9 до 5,9
Олеиновой к миристиновой	от 1,6 до 3,6
Линолевой к миристиновой	от 0,1 до 0,5
Суммы олеиновой и линолевой к лауриновой, миристиновой, пальмитиновой и стеариновой	от 0,4 до 0,7

5. Выводы

Сотрудниками ФНЦ пищевых систем был разработан национальный стандарт определению ЖКС мясной продукции — ГОСТ Р 55483–2013 «Мясо и мясные продукты. Определение жирно-кислотного состава методом газовой хроматографии», по которому можно определить ЖКС мяса, субпродуктов, жир-сырца, мясных и мясосодержащих продуктов, продуктов из шпика в диапазоне измерения массовых долей жирных кислот от 0,03 % до 98 % [8].

Для выявления добавленных в мясную продукцию растительных жиров разработан ГОСТ 33608–2015 «Мясо и мясные продукты. Идентификация не мясных ингредиентов растительного происхождения с помощью метода газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектором», который устанавливает метод идентификации немясных ингредиентов растительного происхождения (наличия растительных жиров, ингредиентов, содержащих растительные жиры) по массовой доле фитостеринов (брассикастерин, кампестерин, стигмастерин, β-ситостерин). Диапазон измерений фитостеринов составляет от 1 до 1000 мг/кг [14].

Подводя итог, следует отметить, что современный уровень развития исследований сложных смесей органических соединений требует применения комплексных физико-химических методов. При анализе веществ из-за трудоемкости подготовки реальных проб особенно важной характеристикой становится чувствительность и селективность метода. На сегодняшний день, масс-спектрометрия является самым мощным, чувствительным, информативным и быстрым методом анализа состава, структуры и количества химических соединений. В последнее десятилетие особенно активно развивается и внедряется в практику аналитических лабораторий метод ГХ-МС. Именно поэтому он является наиболее подходящим для определения ЖКС продукта, а также определения в продукте стеринов.

1. Introduction

Currently the fat phase of food products is studied using various methods of chromatography (high-performance liquid chromatography (HPLC), gas chromatography (GC), chromatography-mass spectrometry, optical spectroscopy, fluorescent and differential-thermal analysis). However, the gas chromatography is the most optimal due to its good sensitivity and automation of the method [1].

In the trend of European laboratory practice in the field of falsification and food safety, indicate a constant expansion of the list of controlled indicators. The development of analytical equipment not only does not eliminate the problem of the quality of the performed analyses, but, on the contrary, imposes increasingly high requirements in all aspects of the analyses. This applies as to sample preparation, as to instrument identification. Particularly, active currently being developed and introduced analytical laboratory methods with mass spectrometric identification, new sources of ionization. The main advantages of chromatography-mass-spectrometry are: sensitivity; selectivity; high reliability of results; simplicity of sample preparation; possibility of analysis of different classes of compounds; possibility of library search of unknown compounds. These methods and particular gas chromatography-mass-spectrometry are actively used in the practice of domestic laboratories [2].

The possibilities of analysis of different classes of compounds are particularly relevant for research in the field of falsification of animal products by plant products. So, during rigging products vegetable fats fall into phytosterols — sterols of plant origin. And, despite the existing evidence that, they can reduce cholesterol in humans, there are a number of studies, proving their ambiguous effect on the human body, particular phytosterols increase the risk of cardiovascular disease.

Therefore, taking into account the increasing cases of adding vegetable fats to animal products, including for the purpose of falsification, methods of qualitative and quantitative detection of the phytosterols and determination of fatty acid composition of the product are necessary.

2. Materials and methods

The fatty acid composition (FAC) of the product and phytosterol content were determined on a gas chromatograph HP 7890A Agilent Technologies (USA) with a capillary column HP–5MS 0.25 mm in diameter, 30 m long, with a fixed phase layer thickness of 0.25 μm with mass-selective detector (MSD) 5975C VLMSD Agilent Technologies (USA).

Preparation of samples for determination of the FA composition of dairy products was carried out according to GOST 31665–2012 «Vegetable oils and animal fats. Production of fatty acid methyl esters».

Preparation of samples for determination of FA composition of meat products was carried out according to GOST R 55483–2013 «Meat and meat products. Determination of fatty acid composition by gas chromatography».

Sample with weight of 1 g was treated for 8 hours with a mixture of 12 ml of chloroform with 10 ml of methanol in the presence of 1% solution of KCl for dissolving the chemical components, the extract was filtered through the paper. The extract with weight 1 ml, containing about 0.1 g of dry residue was mixed with 5 ml of 15% acetyl chloride solution in methanol, kept for 2 hours at 100 °C in a hermetically sealed glass ampoule in an argon atmosphere and neutralized with the addition of a saturated KOH solution in methanol to a pH of 5.0–6.0 solution. There were added to the mixture — 3 ml of saturated aqueous NaCl solution and 6 ml of hexane, left for 30 min and 0.5 ml of transparent hexane layer containing methylated and unmethylated forms of the analyzed substances were selected for analysis.

The preparation of samples is used for the analysis of sterols, which allows completely hydrolyze the fat in the product, and for the extraction of sterols from the hydrolyzate, the diethyl ether is used, because the sterols are the polar alcohols by their chemical nature. The evaporation of the ether on a rotary evaporator (Heidolph Laborota 4003 control, rotation speed from 20 to 270 rpm, motorized lifting bath to 140 mm with the speed of 18 mm/h, heating capacity 1300 W, the heating temperature of the bath from 20 to 180 °C, the volume of the bath of 1200 cm^2) and re-dissolution in smaller amounts enables you to concentrate trace amounts of the sterols.

The preparation of the sample was carried out as follows. There were taken 1 ml of extracted [3] fat and 10 ml of KOH in methanol. The hydrolysis is carried out in a water bath for 10–15 minutes at the temperature 80 °C. After the hydrolysis, 30 ml of distilled water and 20 ml of ether are added to the centrifuge tube, mixed, poured into a 500 cm^3 separating funnel and allowed to settle. During the methylation in such conditions, the sterols are not destroyed, but pass into the ether solution together with the methyl esters. After delamination, the lower water-alcohol layer is poured into the conical flask and placed in another separating funnel with the addition of 20 ml of ether. Shake and allow to settle. The upper ethereal layer is attached to the ether extract to the first separating funnel. The essential extract is washed with distilled water in portions of 50 cm^3, discarding the lower water layer, repeating this procedure three times. The washed essential extract is filtered into a 250 cm^3 round-bottom flask through the folded filter with the layer of anhydrous sodium sulfate (10–15 g) placed into the conical funnel. The ether is evaporated on a rotary evaporator atthea temperature not exceeding 30 °C under the vacuum. The dry residue is dissolved in 1 ml of the methanol and transferred to the vial.

Chromatography conditions on the HP–5MS capillary column: carrier gas-helium, flow rate 1 ml / min, injector temperature in the mode without flow division 250 °C, the initial temperature of the column thermostat 100 °C for 2 minutes, programmable heating from 100 °C to 290 °C with the speed of 20 °C / min, the isotherm at the temperature of 290 °C up to 25 minutes, the analysis time of components is 25 minutes, the volume of automatically injected sample is 1 μl. Identification parameters: ion source temperature 230 °C, quadrupole temperature is 150 °C, electron energy is 70 eV, detection in the scanning mode of the full mass spectrum in the mass range from 33 to 1050 atomic mass units (a.m.u.).

There were used, for calculating, the content of substances an automatic database of search and identification of chromatography-mass spectrometry data NIST08 MS Library [4] with a probability of correlation of peaks of more than 80 %. The results of determination were processed using methods of mathematical statistics.

3. Results and discussion

There is presented on the Figure 1 the chromatogram of separation of calibration mixture Supelco 37 FAME MiX containing 37 fatty acids (FA). As it is shown, from the presented chromatogram, the selective separation of 37 FA is possible for more than 40 minutes. Herewith know the order of the output for the analysis of the FA does not require the presence of individual FA.

During the analysis of the FAC there is a problem of determining the first low-molecular most volatile FA, such as oil and kapron [5]. The oil FA has a boiling point lower than the hexane used for re-dissolution. As a result, first comes on the chromatogram of oil acid, after comes hexane acid and caproic acid, but because of that the peak of hexane is the most intense during its release, it is necessary to turn off the detector, and then turn on again. This is especially true of the mass spectro-

metric identification of the FA, since the solvent output on the detector is able to disable the filament of the mass spectrometer (Figure 2).

In addition, there are two critical pairs of FA separation in the analysis of FA, namely the linoleic and theoleic and the oleic and its elaidin isomer. Increasing the analysis time to 45 min and using a smoother temperature gradient of the gas chromatograph furnace allows to solve this problem. On the Figure 3 shows the chromatogram of complete separation of the linoleic and the oleic fatty acid. For the screening analysis of the FAC, it is pos-

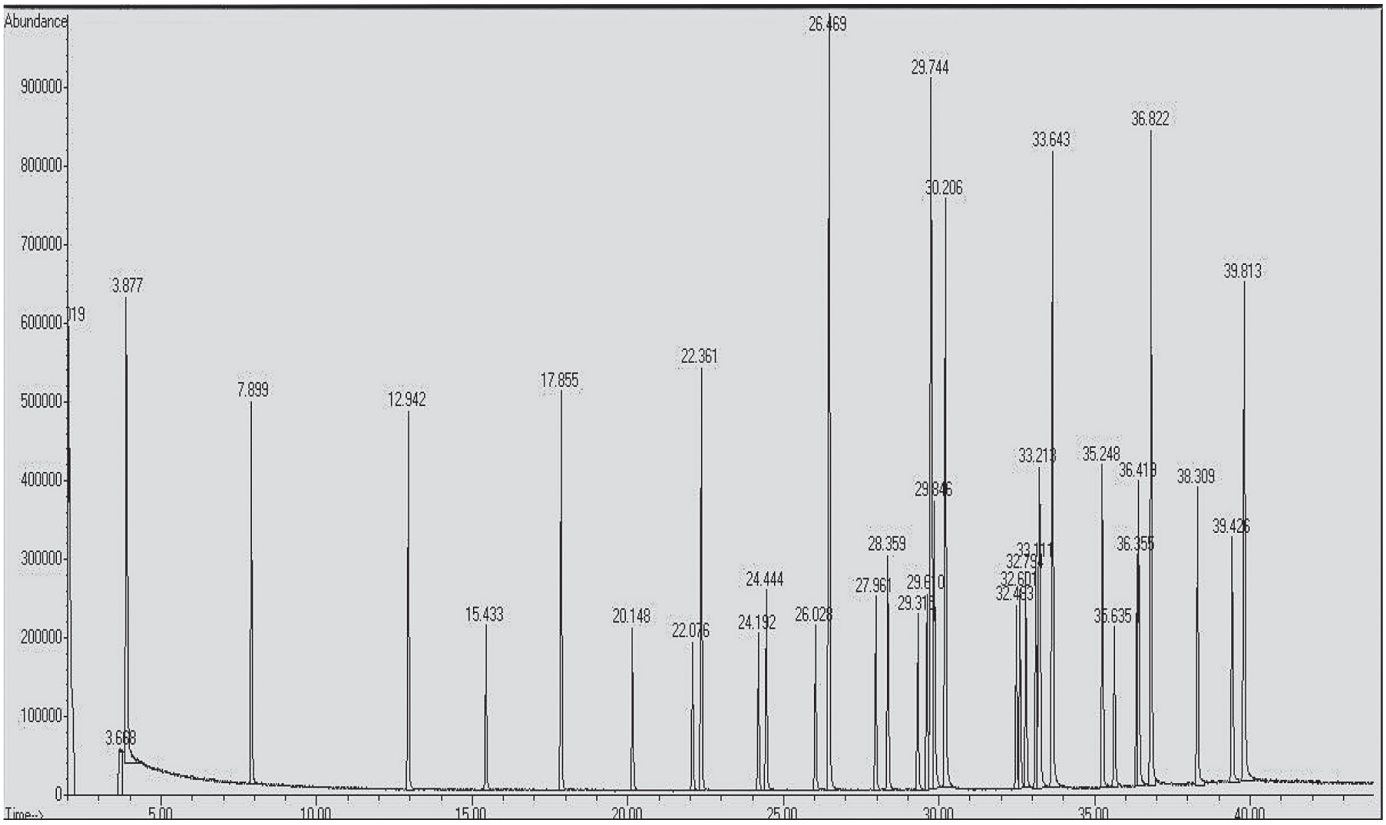

Figure 1. Chromatogram of separation of the mixture containing 37 FA

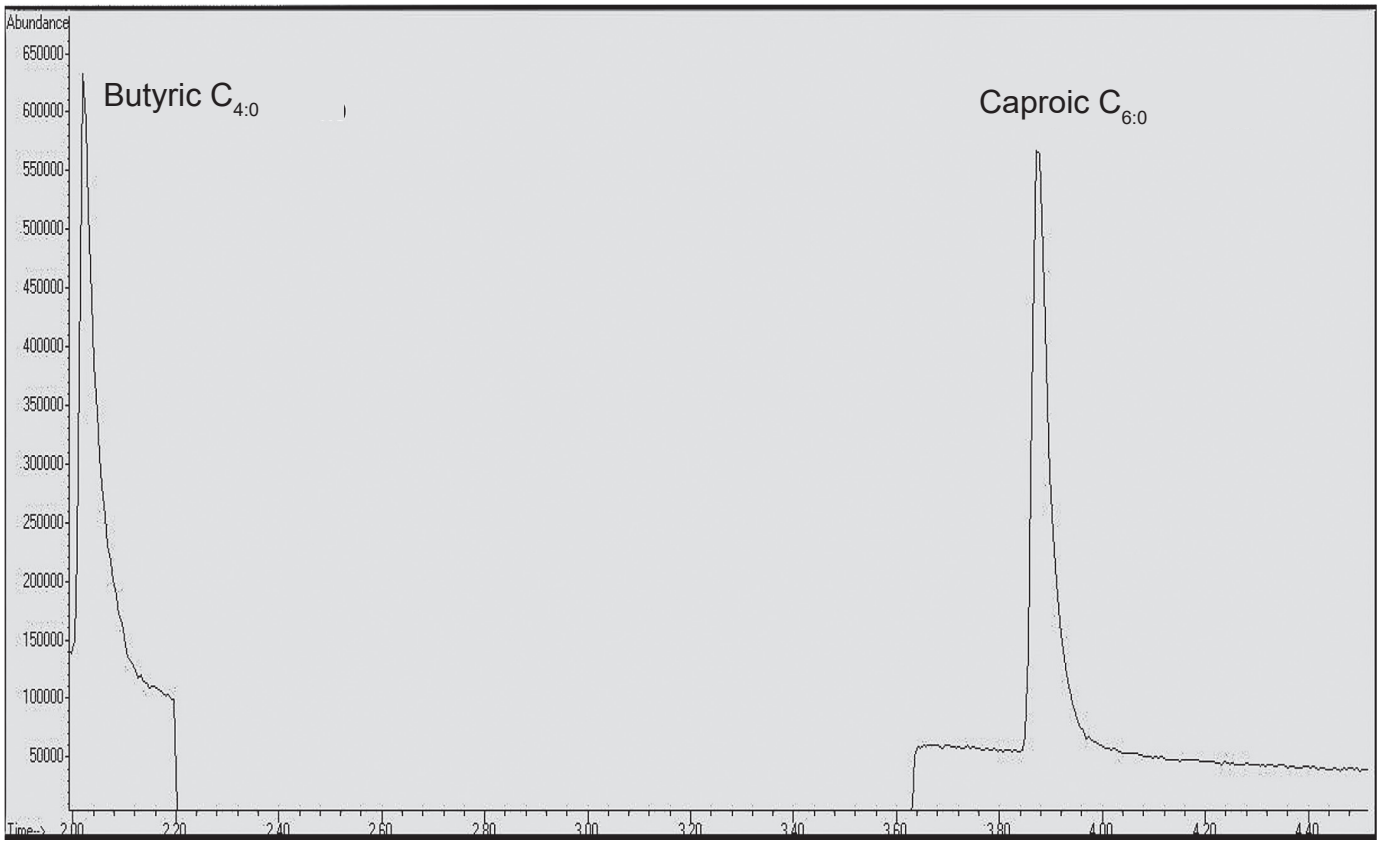

Figure 2. The chromatogram of separation of oil and nylon FA on HP–5MS (19091S) 30 m × 0,25 mm × 0,25 mkm

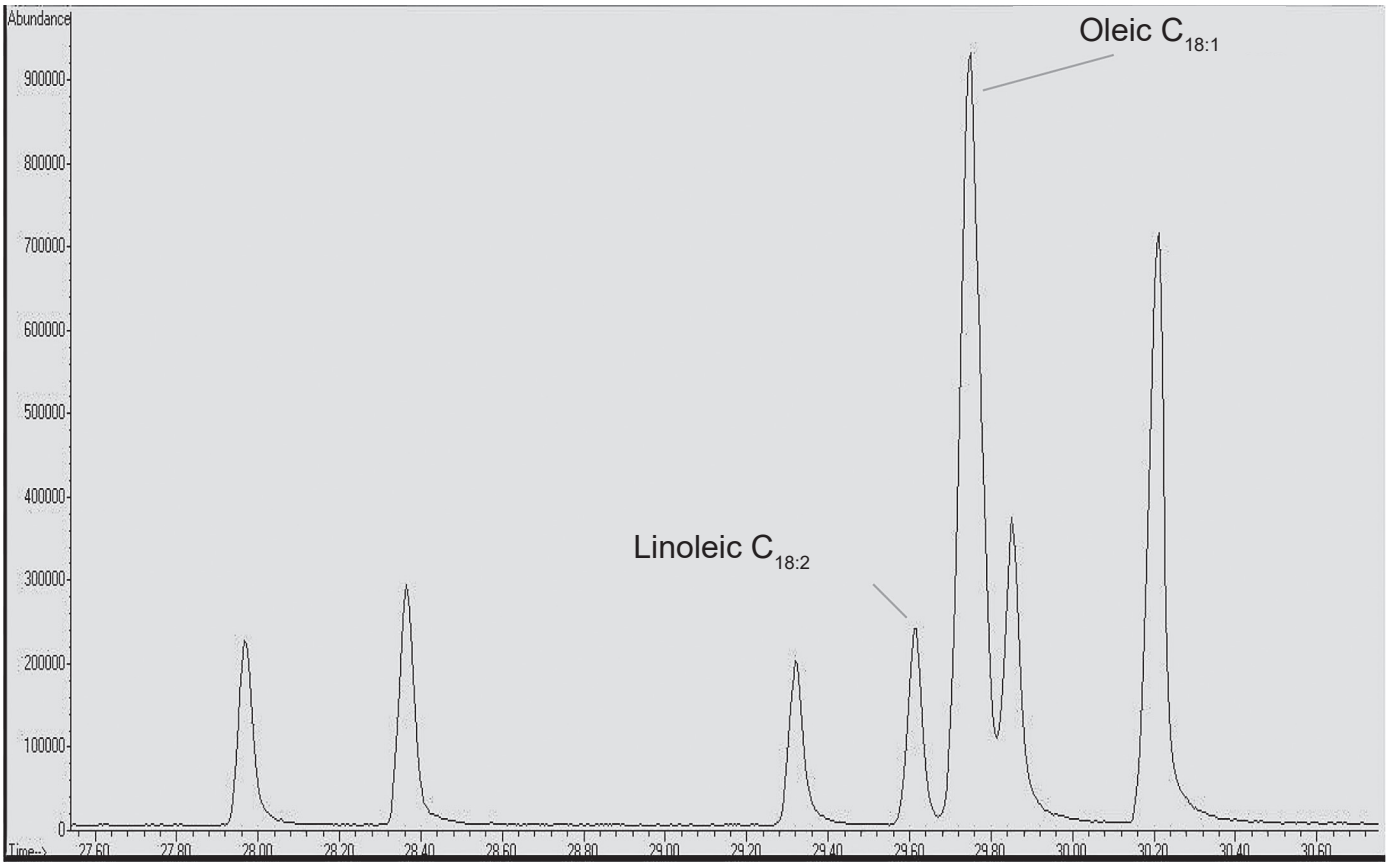

Figure 3. Chromatogram of separation linoleic and oleic fatty acid is established in 45 min.

sible to reduce the analysis time due to a much sharper temperature gradient of the chromatograph furnace. In this case, it is possible to conduct analysis 37 FA for 20 min. However, this affects the measurement quality and reproducibility of results.

So in the case of the analysis of 37 FA, the separation of the critical pair of linoleic and oleic is much worse. The elaidic trans isomer is not divided from oleic acid and can be calculated only on the amount. Thus, this method does not allow to detect trans-isomers of FA, but has the right to exist as it allows to determine quickly the falsification of milk fat of cow's milk by FA [6]. For the rationing purposes of margarine and vegetable fats for FACs is recommended to use the method of separation of the FA for 45 min.

The hydrolysis of the sample and subsequent methylation is necessary to give the FA volatility, because of that the fatty acids in their native form are contained in the form of triglycerides. Three types of methylation may be used to prepare samples for the determination of FAC. GOST 31665–2012 «Vegetable oils and animal fats. Receiving of methyl esters of fatty acids» involves the methylation with sodium methylate or methanol solution of potassium hydroxide [7]. GOST R 55483–2013 «Meat and meat products. Determination of fatty acid composition by gas chromatography» allows to provide the methylation using acetyl chloride [8]. The methylation with sodium methylate will determine, by transesterification, fatty acid composition of only those FA, which are associated with glycerin, but free FA should be methylated separately. Therefore, the production of methyl esters of fatty acids from triglycerides by transesterification with methanol solution of potassium hydroxide is optimal [9,10].

The use of vegetable fats and oils in the product certainly affects on the FAC. This is most characteristic of low molecular weight FA and that FA, which are the indicator of falsification. First of all, it is the myristic and the linoleic acids. The fact, that the falsification of dairy products with vegetable oils share the myristic steadily decreases, and the proportion of the linoleic increases in proportion to the amount of plant component. However, this trend is not typical for the lauric FA, so during the falsifying by coconut oil, its share will grow, and during the falsifying by palm oil will fall. Therefore, the most indicative FA will be the myristic and the linoleic [11].

In Table 1 presented by the FAC for a product with a vegetable fat content of more than 20 %. As can be seen, the tendency of increase the linoleic and decrease the myristic FA remains. Based on these data, it can be seen that the replacement of milk fat on non-dairy fats has a significant impact on the FAC. In this case, the changes relate to all major fatty acids.

In Table 2 presented FAC product with a content of vegetable fat more than 90 %. The share of the myristic is less than 1 %, while the share of the linoleic is close to the content of palmitic and oleic (about 30 %).

In Table 3 presents an example of the FACs correlation and the content of sterols. The trend in the content of the myristic FA/ linoleic FA/ b-sitosterol remains. Thus, it is proved that in the falsification of dairy products with vegetable oils, the share of the myristic steadily decreases, and the share of the linoleic increases in proportion to the amount of the vegetable component. It is objectively established that the presence of b-sitosterol more than 2% of the share of cholesterol indicates the presence of vegetable fats and oils in the product.

Thus, by determining the ratio of FAC and fatty acids, it can be concluded about the quality of the dairy product, comparing the results with the reference data from the product standards. Even small deviations from the above norms are permissible, since the raw materials of animal origin can not be stable in their indicators principle, but serious deviations will indicate a low quality of products or the possible falsification of vegetable fats.

Similar situation is with the FAC of vegetable oils. In the relevant product standards are often given reference data on the

Table 1

Fatty acid composition of milk product adulterated with vegetable fats in comparison with the established norms

Name of indicator	Actual value	Fatty acid composition of milk fat of cow's milk according to GOST 32261–2013
Fatty acid composition (mass fraction % of the amount of fatty acids)		
Butyric $C_{4:0}$	0.1	2.4–4.2
Caproic $C_{6:0}$	0.13	1.5–3.0
Caprylic $C_{8:0}$	0.05	1.0–2.0
Capric $C_{10:0}$	0.11	2.0–3.8
Decenoic $C_{10:1}$	0.02	0.2–0.4
Lauric $C_{12:0}$	0.4	2.0–4.4
Myristic $C_{14:0}$	2.76	8.0–13.0
Myristoleic $C_{14:1}$	0.03	0.6–1.5
Palmitic $C_{16:0}$	39.6	21.0–33.0
Palmitoleic $C_{16:1}$	0.35	1.5–2.4
Stearic $C_{18:0}$	7.71	8.0–13.5
Oleic $C_{18:1}$	36.01	20.0–32.0
Linoleic $C_{18:2}$	12.57	2.2–5.5
Linolenic $C_{18:3}$	0.04	to 1.5
Arachidic $C_{20:0}$	0.08	to 0.3
Behenic $C_{22:0}$	0.04	to 0.1

Table 2

Milk product with vegetable fat content more than 90 %

Name of indicator	Actual value	Fatty acid composition of milk fat of cow's milk according to GOST 32261–2013
Fatty acid composition (mass fraction % of the amount of fatty acids)		
Butyric $C_{4:0}$	0.12	2.4–4.2
Caproic $C_{6:0}$	0.11	1.5–3.0
Caprylic $C_{8:0}$	0.03	1.0–2.0
Capric $C_{10:0}$	0.22	2.0–3.8
Decenoic $C_{10:1}$	0	0.2–0.4
Lauric $C_{12:0}$	1.21	2.0–4.4
Myristic $C_{14:0}$	0.84	8.0–13.0
Myristoleic $C_{14:1}$	0.1	0.6–1.5
Palmitic $C_{16:0}$	29.57	21.0–33.0
Palmitoleic $C_{16:1}$	0.1	1.5–2.4
Stearic $C_{18:0}$	5.41	8.0–13.5
Oleic $C_{18:1}$	34.28	20.0–32.0
Linoleic $C_{18:2}$	27.56	2.2–5.5
Linolenic $C_{18:3}$	0.03	To 1.5
Arachidic $C_{20:0}$	0.29	To 0.3
Behenic $C_{22:0}$	0.13	To 0.1

FAC, so comparing the results with reference can be judged on the quality of the oil [12]. At serious discrepancies it is possible to assume whether this oil was falsified, and at thorough comparison with FAC of other oils, it is possible to define almost precisely what oil the studied product was falsified.

If, having determined the FAC of the product of animal origin, there are suspicions about the falsification of its vegetable fats, it should be confirmed by the study of the product for the content of phytosterols in it.

On the Figure 4 shows the chromatogram of the sample with the presence of phytosterols. When using non-selective PID detector may be applied clinocephaly FA on the peaks of the sitosterol/ the campesterol/ the stigmasterol. However, false positive and false negative results are excluded in the case of gas chromatography-mass spectrometry (MS-detector). The presence of the mass-spectrum (target and confirming ions) makes the iden-

Table 3

Correlation between the FAC and content of the phytosterol in a dairy product

Myristic $C_{14:0}$	5.39	2.76	0.84
Linoleic $C_{18:2}$*	7.4	12.57	27.56
b-sitosterol	4.61	16.15	71.72

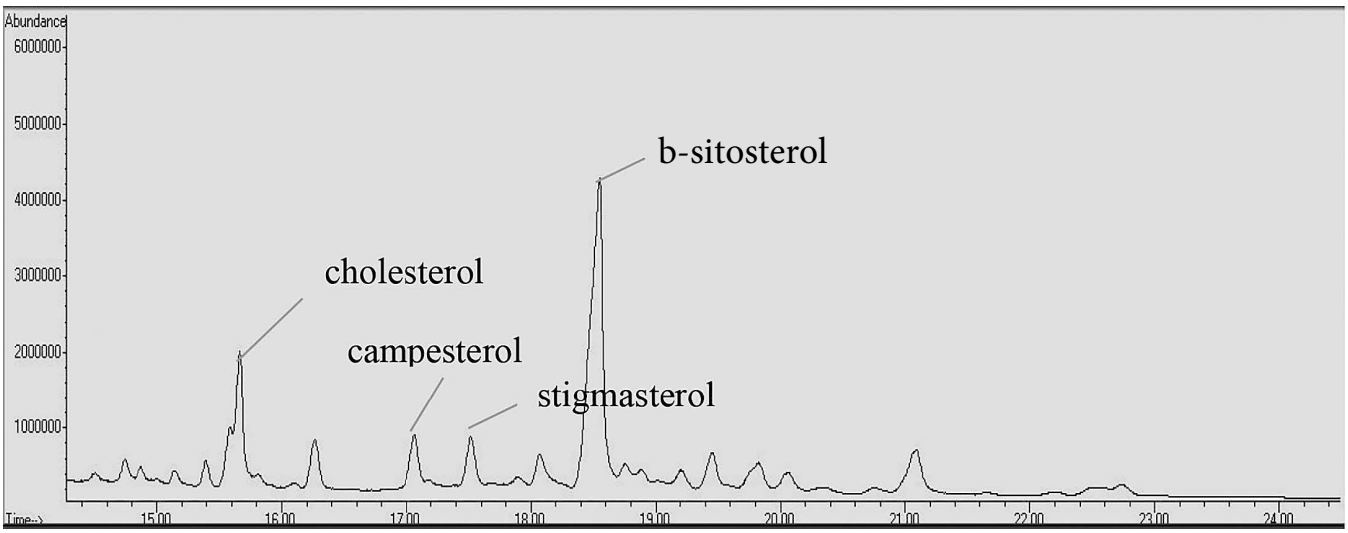

Figure 4. Chromatogram of the sample with the phytosterols

tification of high-quality and greatly simplifies the procedure of sample preparation, excluding the preliminary derivatization by digiton.

In the case of the phytosterols identification by library mass-spectra excludes the possibility of error.

When electron ionization (EI) in 70 eV occurs the molecule breaks down into several characteristic parts, which provides additional opportunities for identification and study of the structure of unknown substances. Ion fragmentation occurs due to the fact that the energy of electrons is much higher than the energy of chemical bonds. The chemistry of ion fragmentation in electron fragmentation is well studied, so knowing the mass of fragments and their intensity it is possible to predict the initial structure of the substance. The mass-spectra obtained by the method of electronic ionization are well reproducible, so today there are libraries (for example, NIST) with reference mass-spectra for more than 210 000 substances (library NIST11/2011/EPA/NIH) using the method of electron impact ionization, greatly facilitating qualitative analysis. The mass-spectrum is a unique «fingerprint» of the desired substance and eliminates errors in the analysis. The possibilities of separation and unambiguity of qualitative analysis make the gas chromatography-mass-spectrometry (GC-MS) method the optimal technique for the study of the phytosterols.

On the Figure 5 the chromatogram of the milk fat sample, as well as the mass-spectra of the obtained cholesterol and from the database are presented. The plant sterols (phytosterols) were not found on the chromatogram, which indicates the absence of falsification of the dairy product by vegetable fats and oils. As can be seen, the matching ions of cholesterol at the level of 99 %. The coincidence of the mass-spectrum is more than 70% indicates the qualitative identification of the substance. High sensitivity, the possibility of chromatographic separation and qualitative identification of the desired cholesterol and phytosterols, even in the case of the presence of organic impurities in the extract, allows almost completely eliminate errors in the analysis, and recommend GC-MS as a reliable and high-precision method of identification of vegetable fats in food. Today, the mass-spectrometry is the most powerful, sensitive, informative and fast method of analysis of the composition, structure and quantity of chemical compounds. The widespread introduction of mass spectrometric methods in the practice of quality control of food

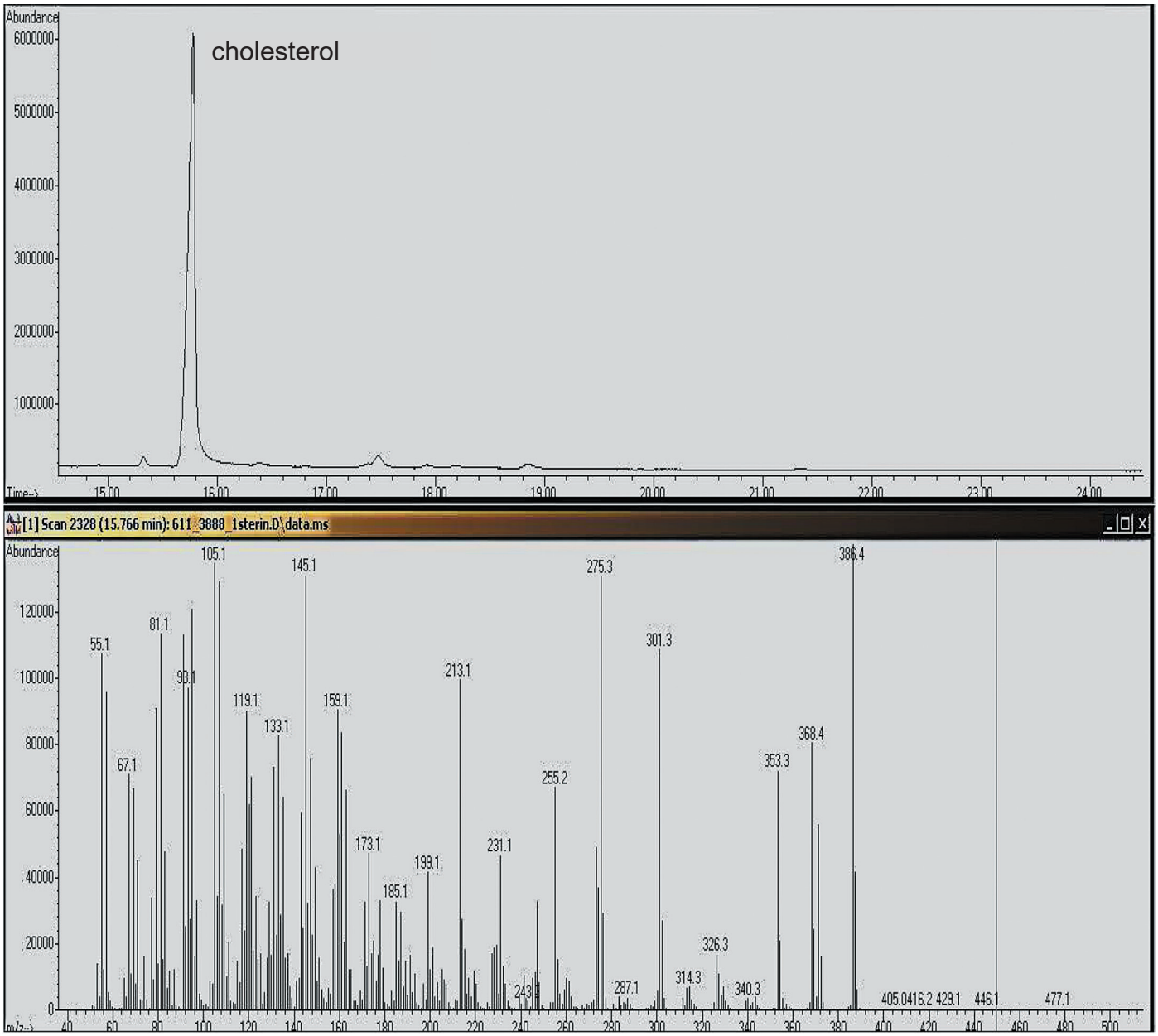

Figure 5. The chromatogram of the sample is not adulterated with the phytosterols

products will allow to reach a new innovative level of analytical control of food products, which will give manufacturers full confidence in the safety of their product.

As for the mandatory norms of fatty acid composition of food products, in our time they can be mandatory only if they are set in the technical regulations of the Customs Union. In the regulations, such standards do not exist, most information about the FAC product is given as a reference of the application to the national (GOST R) or interstate (GOST) standards for the appropriate product or method of determining the FACs in this product that also makes these standards mandatory, because, without going into details, in accordance with 162-FZ «About standardization in the Russian Federation» all of the standards of the food industry are applied on a voluntary basis.

Partly this situation arose due to the fact that the FAC of the product can not be standardized principal. For example, the FAC of meat and meat products, which can be defined according to GOST R 55483–2013 «Meat and meat products. Determination of fatty acid composition by gas chromatography» will depend on many factors, the main of which is the type of animal, to the secondary can be attributed to the breed of animal, age, food, which it was fed and etc. According to the reference annex of the above mentioned standard, which, unfortunately, shows the FAC fats only lamb, pork and beef, we can say that the FAC fats of these animals can be very different, despite the extremely average values. The main differences are in the content of the palmitic, the oleic, the stearic and the linoleic acids.

The absence of regulatory (mandatory) requirements for FAC is acceptable for meat and meat products, where the FAC is not the main characteristic of quality, which it is for dairy products, because FAC can be judged not only on the quality of the dairy product, it can be assumed whether the products are adulterated with vegetable fats.

For example will consider the interstate standard GOST 32261–2013 «Butter. Technical conditions». According to annex B of the standard, in milk fat of cow's milk the fatty acids given in the Table 4 are normalized.

Table 4

Fatty acid composition of milk fat of cow's milk [13]

Name of fatty acid according to the trivial nomenclature	Mass fraction of fatty acid, % of total fatty acids
Butyric	2.4–4.2
Caproic	1.5–3.0
Caprylic	1.0–2.0
Capric	2.0–3.8
Decenoic	0.2–0.4
Lauric	2.0–4.4
Myristic	8.0–13.0
Myristoleic	0.6–1.5
Palmitic	21.0–33.0
Palmitoleic	1.5–2.4
Stearic	8.0–13.5
Oleic	20.0–32.0
Linoleic	2.2–5.5
Linolenic	To 1.5
Arachidic	To 0.3
Behenic	To 0.1
Other	4.0–6.5

Taking into account that the FAC is milk fat cow's milk is fair to say that similar requirements should be to the FAC of other dairy products, such as sour cream, cottage cheese, etc. This is confirmed by the norms of FAC, given in GOST 31453–2013 «Cottage Cheese. Specifications» and GOST 31452–2012 «Sour Cream. Technical conditions». However, the standards for cottage cheese and milk are not normalized for other fatty acids. Other fatty acids are not regulated also in GOST R 52253–2004 «Butter and paste from cow's milk. General specifications», the standard requirements, which can be called conditionally mandatory for compliance, which is very important, because the FAC of products is calculated by normalization, which means that not taking into account any detected fatty acids will affect the final value of the normalized. Therefore, the following changes or revision of these standards, it is advisable to supplement them with other fatty acids.

In addition to the content of these fatty acids in dairy products, their ratio is also important (Table. 5).

Table 5

Ratios of the methyl esters of fatty acids of milk fat

Ratios of methyl esters of fatty acids of milk fat	Limits of the ratio of the mass fraction of methyl esters of fatty acids in milk fat
Palmitic to lauric	from 5.8 to 14.5
Stearic to lauric	from 1.9 to 5.9
Oleic for myristic	from 1.6 to 3.6
Linoleic to myristic	from 0.1 to 0.5
Amounts of oleic and linoleic to lauric, myristic, palmitic and stearic	from 0.4 to 0.7

4. Conclusion

There was developed a national standard, by the employees of the FRC of food systems, the national standard for the definition of FAC meat products-GOST R 55483–2013 «Meat and meat products. Determination of fatty acid composition by gas chromatography», by which it is possible to determine the FAC of meat, offal, raw fat, meat and meat-containing products, products from bacon in the range of measuring the mass fraction of fatty acids from 0.03% to 98 % [8].

GOST 33608–2015 «Meat and meat products» was developed to identify vegetable fats added to meat products. Identification of non-meat ingredients of plant origin using gas chromatography with mass-spectrometric detector», which establishes the method of identification of non-meat ingredients of plant origin (vegetable oils, ingredients, containing vegetable fats) at mass concentration of the phytosterols (brassicasterol, campesterol, stigmasterol, β-sitosterol). The measurement range of the phytosterols is from 1 to 1000 mg / kg [14].

Summing up, it should be noted that the current level of research of complex mixtures of organic compounds requires the use of complex physical and chemical methods. In the analysis of substances due to the complexity of the preparation of real samples is particularly important characteristic of the sensitivity and selectivity of the method. Today, mass-spectrometry is the most powerful, sensitive, informative and fast method of analysis of the composition, structure and quantity of chemical compounds. In the last decade, the GC-MS method has been particularly actively developed and introduced into the practice of analytical laboratories. That is why it is the most suitable for the determination of the FAC of the product, as well as the determination of sterols in the product.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Жижин, НА. (2016). Разработка новых подходов к определению жирнокислотного состава молока и молочных продуктов с применением метода газовой хроматографии. *Международная научно-практическая конференция молодых учёных и специалистов отделения сельскохозяйственных наук Российской академии наук,* 1, 94–98.
2. Lucarini, M., Durazzo, A., Sánchez del Pulgar, J., Gabrielli, P., Lombardi-Boccia, G. (2018). Determination of fatty acid content in meat and meat products: The FTIR-ATR approach. *Food Chemistry,* 267,223–230.
3. Вострикова, Н.Л., Кузнецова, О.А., Куликовский, А.В. (2018). Методические аспекты извлечения липидов из биологических матриц. *Теория и практика переработки мяса*, 3(2), 4–21.
4. Библиотека эталонных масс-спектров. [Электронный ресурс: http://chemsw.farhawk.com/NIST08 Дата обращения 10.10.2018].
5. Salimon, J., Omar, T.A., Salih, N. (2017). An accurate and reliable method for identification and quantification of fatty acids and trans fatty acids in food fats samples using gas chromatography. *Arabian Journal of Chemistry*, 10, S1875-S1882.
6. Yurchenko, S., Sats, A., Tatar, V., Kaart, T.,, Mootse, H., Jõudu, I. (2018). Fatty acid profile of milk from Saanen and Swedish Landrace goats. *Food Chemistry,* 254, 326–332.
7. ГОСТ 31665–2012 «Масла растительные и жиры животные. Получение метиловых эфиров жирных кислот». М, Стандартинформ. — 2013. — 12 с.
8. ГОСТ Р 55483–2013 «Мясо и мясные продукты. Определение жирнокислотного состава методом газовой хроматографии». М, Стандартинформ. –2014. — 16 с.
9. Ichihara, K., Kohsaka, C., Tomari, N., Kiyono, T., Wada, J., Hirooka, K., Yamamoto, Y. (2016). Fatty acid analysis of triacylglycerols: Preparation of fatty acid methyl esters for gas chromatography. *Analytical Biochemistry,* 495, 6–8.
10. Petrović, M., Kezić, N., Bolanča, V. (2010). Optimization of the GC method for routine analysis of the fatty acid profile in several food samples. *Food Chemistry*, 122(1), 285–291.
11. Горбатова, К.К., Гунькова, П.И. (2010). Биохимия молока и молочных продуктов. СПб, ГИОРД. –336 с. ISBN 976–5–98879–112–6
12. Рудаков, О.Б., Полянский, К.К. (2001). Развитие метода интерпретации хроматограмм животных жиров. *Хранение и переработка сельхозсырья,* 10, 40–42.
13. ГОСТ 32261–2013 «Масло сливочное. Технические условия». М, Стандартинформ. — 2015. — 20 с.
14. ГОСТ 33608–2015 «Мясо и мясные продукты. Идентификация немясных ингредиентов растительного происхождения методом газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектором». М, Стандартинформ. — 2016. — 9 с.

REFERENCES

1. Zhizhin, N.A. (2016). Determination of the fatty acid composition of milk and milk products using gas chromatography. *International scientific and practical conference of young scientists and specialists of the division of agricultural sciences of the Russian academy of sciences,* 1, 94–98. (in Russian)
2. Lucarini, M., Durazzo, A., Sánchez del Pulgar, J., Gabrielli, P., Lombardi-Boccia, G. (2018). Determination of fatty acid content in meat and meat products: The FTIR-ATR approach. *Food Chemistry*, 267,223–230.
3. Vostrikova, N.L., Kuznetsova, O.A., Kulikovskii, A.V. (2018)/ Methodological aspects of lipid extraction from biological matrices. *Theory and practice of meat processing*. 2018;3(2):4–21. (In Russian)
4. Library of mass spectra standards. [Electronic resource: http://chemsw.farhawk.com/NIST08/ Access date 10.10.2018].
5. Salimon, J., Omar, T.A., Salih, N. (2017). An accurate and reliable method for identification and quantification of fatty acids and trans fatty acids in food fats samples using gas chromatography. *Arabian Journal of Chemistry*, 10, S1875-S1882.
6. Yurchenko, S., Sats, A., Tatar, V., Kaart, T.,, Mootse, H., Jõudu, I. (2018). Fatty acid profile of milk from Saanen and Swedish Landrace goats. *Food Chemistry,* 254, 326–332.
7. GOST 31665–2012 «Vegetable oils and animal fats. Preparation of fatty acid methyl esters». Moscow: Standardinform. — 2013. — 12 p. (in Russian)
8. GOST R 55483–2013 «Meat and meat products. Determination of fatty acid composition by gas chromatography». Moscow: Standardinform. — 2014. — 16 p. (in Russian)
9. Ichihara, K., Kohsaka, C., Tomari, N., Kiyono, T., Wada, J., Hirooka, K., Yamamoto, Y. (2016). Fatty acid analysis of triacylglycerols: Preparation of fatty acid methyl esters for gas chromatography. *Analytical Biochemistry*, 495, 6–8.
10. Petrović, M., Kezić, N., Bolanča, V. (2010). Optimization of the GC method for routine analysis of the fatty acid profile in several food samples. *Food Chemistry*, 122(1), 285–291.
11. Gorbatova, K.K., Gunkova, P.I. (2010). Biochemistry of milk and milk products. St. Petersburg: GIORD. –320 p. ISBN 976–5–98879–112–6 (in Russian)
12. Rudakov, O.B., Polansky, K.K. (2001). Development of a method of interpretation of chromatograms animal fats. *Storage and processing of farm products,* 10, 40–42. (in Russian)
13. GOST 32261–2013 «Butter. Specifications». Moscow: Standardinform. — 2015. — 20 p. (in Russian)
14. GOST 33608–2015 «Meat and meat products. Identification of non-meat ingredients of plant origin by gas chromatography with a mass spectrometric detector». Moscow: Standardinform. — 2016. — 9 p. (in Russian)

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ	AUTHOR INFORMATION
Принадлежность к организации	**Affiliation**
Утьянов Дмитрий Александрович — младший научный сотрудник, лаборатория «Научно-методические работы, биологические и аналитические исследования», Федеральный научный центр пищевых систем им. В.М. Горбатова РАН 109316, г. Москва, ул. Талалихина, 26 Тел.: +7–495–676–79–61 E-mail: d.utyanov@fncps.ru *автор для контактов	**Dmitry A. Utyanov** — research assistant, Laboratory of scientifically-methodical works and control-analytical researches, V.M. Gorbatov Federal Research Center for Food Systems of Russian Academy of Sciences 109316, Moscow, Talalikhina str., 26 Tel.: +7–495–676–79–61 E-mail: d.utyanov@fncps.ru *corresponding author
Куликовский Андрей Владимирович — кандидат технических наук, руководитель направления хроматографии, ведущий научный сотрудник, лаборатория «Научно-методические работы, биологические и аналитические исследования», Федеральный научный центр пищевых систем им. В.М. Горбатова РАН 109316 г. Москва, ул. Талалихина, 26 Тел.: +7–495–676–79–81 E-mail: a.kulikovskii@fncps.ru	**Andrey V. Kulikovskii** — candidate of technical sciences, a head chromatography laboratory, leading scientific worker, Laboratory «Scientific and methodical work, biological and analytical research» V.M. Gorbatov Federal Research Center for Food Systems of Russian Academy of Sciences 109316, Moscow, Talalikhina str., 26 Tel.: +–495–676–60–11 E-mail: a.kulikovskii@fncps.ru
Вострикова Наталья Леонидовна — кандидат технических наук, заведующий лабораторией «Научно-методические работы, биологические и аналитические исследования», Федеральный научный центр пищевых систем им. В.М. Горбатова РАН 109316, г. Москва, ул. Талалихина, 26 Тел.: +7–495–676–79–81 E-mail: n.vostrikova@fncps.ru	**Natal'ya L. Vostrikova** — candidate of technical sciences, head of laboratory Scientific and methodical work, biological and analytical research, V.M. Gorbatov Federal Research Center for Food Systems of Russian Academy of Sciences 109316, Moscow, Talalikhina str., 26 Tel.: +7–495–676–79–81 E-mail: n.vostrikova@fncps.ru
Иванкин Андрей Николаевич — доктор химических наук, профессор, академик МАН ВШ, заведующий кафедрой химии, Московский государственный технический университет (национальный исследовательский университет) им. Н.Э. Баумана 141005, г. Мытищи, 1-я Институтская, 1 Тел.: +7–498–687–36–00 e-mail: aivankin@inbox.ru	**Andrew N. Ivankin** — doctor of chemical sciences, professor, academician of the International Higher Education Academy of Sciences, Head of the Department of Chemistry, Bauman Moscow State Technical University 141005, Mitishi, 1-st Institutskaya str., 1 Tel.: +7–498–687–36–00 e-mail: aivankin@inbox.ru

Критерии авторства	Contribution
Авторы в равных долях имеют отношение к написанию рукописи и одинаково несут ответственность за плагиат	Authors are equally relevant to the writing of the manuscript, and equally responsible for plagiarism
Конфликт интересов	**Conflict of interest**
Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов	The authors declare no conflict of interest

Поступила 24.10.2018 **Received 24.10.2018**