

НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
«ХАРКІВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ»

ЛЕВЧУК ІРИНА ВОЛОДИМИРІВНА



УДК 664: 665. 1/7: 539: 542/543

**УДОСКОНАЛЕННЯ МЕТОДІВ КОНТРОЛЮ ПОКАЗНИКІВ БЕЗПЕКИ
У ТЕХНОЛОГІЇ ОЛІЄЖИРОВИХ ВИРОБНИЦТВ**

Спеціальність 05.18.06-технологія жирів, ефірних масел і
парфумерно-косметичних продуктів

Автореферат
дисертації на здобуття наукового ступеня
кандидата технічних наук

Харків – 2010

Дисертацією є рукопис

Робота виконана в Проблемній науково-дослідній лабораторії Національного університету харчових технологій Міністерства освіти і науки України, м. Київ

Науковий керівник: доктор технічних наук, професор

Осейко Микола Іванович

Національний університет харчових технологій, м. Київ

професор кафедри технології м'яса, м'ясних та олієжирових продуктів

Офіційні опоненти: доктор технічних наук, професор

Демидов Ігор Миколайович,

Національний технічний університет

«Харківський політехнічний інститут», м. Харків,

професор кафедри технології жирів та продуктів бродіння

кандидат технічних наук, доцент

Безденєжних Лілія Андріївна,

Кременчуцький національний університет ім. М. Остроградського,

м. Кременчуг, доцент кафедри екології

захист дисертації відбудеться «14» квітня 2011 року о 14⁰⁰ годині
на засіданні спеціалізованої вченої ради Д64. 050 .05 Національного технічного університету «Харківський політехнічний інститут» за адресою 61002, м. Харків,
вул. Фрунзе, 21.

З дисертацією можна ознайомитись у бібліотеці Національного технічного університету «Харківський політехнічний інститут».

Автореферат розісланий « ____ » _____ 2011 р.

Вчений секретар

Спеціалізованої вченої ради



Тимченко В.К.

ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ

Актуальність роботи. Сучасні технології передбачають нові підходи до переробки жиромістивної сировини, з'являються удосконалені класичні та інноваційні технології олійно-жирового комплексу України, що сприяє виробництву широкого спектру повноцінних високоякісних жиромістивних продуктів харчування як підприємствами галузі, так і підприємствами суміжних галузей харчової промисловості.

Тому все більше уваги приділяється контролю, зокрема, рослинних олій, олієжирових і олієжировмістивних продуктів, на вміст органічних екотоксикантів (пестицидів, поліциклічних ароматичних вуглеводнів (ПАВ)), консервантів та природних антиоксидантів.

Україна є експортером рослинних олій, олійних культур та олієжировмістивних продуктів і в умовах Світової Організації Торгівлі (СОТ) повинна забезпечувати контроль за показниками безпеки продукції, яку поставляє на світовий ринок. Ця умова може бути виконана лише за наявності створення системи контролю вмісту шкідливих речовин не тільки в сировині та готовій продукції, а й на всіх стадіях виробництва олій та олієжировмістивних продуктів.

Слід зазначити, що на олієжирових підприємствах повсюди запроваджуються система управління якістю та безпекою, яка базується на принципах міжнародних стандартів аналізу небезпечних факторів та критичних точок управління («НАССР»).

Враховуючи зазначене вище, удосконалення методів контролю показників безпеки в технології олієжирових виробництв, розроблення перспективних методик та методів визначення органічних екотоксикантів (пестицидів різних груп, ПАВ), консервантів та антиоксидантів в олійних культурах, оліях, жирах та олієжировмістивних продуктах, є актуальною науково-практичною задачею, яку вирішує дисертаційна робота.

Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами. Дисертаційну роботу виконано в Проблемній науково-дослідній лабораторії НУХТ (м. Київ). Дослідження здійснювались в рамках держбюджетної науково-дослідної роботи Міністерства освіти і науки України «Створення наукових основ нанотехнологій олієжирових продуктів і екстрактів функціонального призначення» (ДР № 0107U008626), в якій здобувач була відповідальним виконавцем окремих етапів.

Мета і задачі досліджень. Мета роботи – наукове обґрунтування удосконалення методів контролю показників безпеки, природних антиоксидантів та консервантів в технології олієжирових виробництв.

Визначена мета обумовила вирішення наступних **задач**:

- систематизувати теоретичні та прикладні аспекти методів визначення показників безпеки органічних екотоксикантів (пестицидів різних груп, поліароматичних вуглеводнів), природних антиоксидантів та консервантів;

- виявити закономірності впливу технологічних параметрів пробопідготовки і хроматографічного розділення пестицидів різних груп: хлорорганічних, фосфорорганічних, сим-триазинів, синтетичних піретроїдів, похідних феноксикарбонових кислот (ФКК) та розробити методи і методики їх визначення, в тому числі за умови сумісної присутності в рослинних оліях;

- дослідити особливості пробопідготовки та хроматографічного розділення поліароматичних вуглеводнів та розробити методику визначення 3,4 бенз[а]пірену;

- виявити кінетичні закономірності зміни вмісту природних антиоксидантів (токоферолів) під час зберігання соняшникової олії за різних умов; удосконалити метод та методику визначення токоферолів;

- розробити науково-обґрунтований метод та методику визначення консервантів в олієжирових продуктах.

Об'єкт дослідження – технохімічний контроль сировини та готової продукції олієжирових виробництв.

Предмет дослідження – показники безпеки олієжирової сировини та готової продукції: пестициди різних груп, поліароматичні вуглеводні, (бенз[а]пірен); природні антиоксиданти (β -токоферол); синтетичні консерванти (бензойна, сорбінова кислоти та їх натрієві солі).

Методи дослідження. Органічні екотоксиканти визначали методом газорідинної хрома-тографії (ГРХ), імуноферментного аналізу (ІФА), газової хромато-мас-спектрометрії (ГРХ/МС), високоефективної рідинної хроматографії (ВЕРХ), капілярного електрофорезу (КЕ), консерванти та природні антиоксиданти визначали методом ВЕРХ, КЕ. Для обробки експериментальних даних застосовували програмні пакети Galaxie, Agilent Technologies Chemstation, Microsoft Office Excel.

Наукова новизна одержаних результатів. Вперше виявлено залежності і вплив технологічних факторів (умов екстракції) на ступінь вилучення пестицидів із олієжировмісних продуктів (синтетичних піретроїдів, сим-триазинів та похідних ФКК). Встановлено раціональні технологічні умови виділення та режими розділення синтетичних піретроїдів, сим-триазинів та похідних ФКК при їх сумісній присутності в об'єктах рослинного походження (насіння олійних культур, олії, олієжировмісних продукти) методом ІФА, КЕ. Обґрунтовано технологічні параметри екстракції в системі рідина-рідина та твердофазної екстракції при визначенні пестицидів різних груп (хлорорганічних, фосфорорганічних, синтетичних піретроїдів, сим-триазинів) в насінні олійних культур, рослинних оліях, олієжировмісних продуктах методами ГРХ, ГРХ/МС.

Виявлено закономірності визначення пестицидів різних груп (хлорорганічних, фосфорорганічних, синтетичних піретроїдів, сим-триазинів) за умови їх сумісній присутності з використанням кількох селективних детекторів, рухомих фаз різної полярності та альтернативних методів.

Знайдено, що межа кількісного визначення бенз[а]пірену методом газорідинної хроматографії з мас-селективним детектором (ГРХ/МС) становить 0,5мкг/кг, методом ВЕРХ з флуоресцентним детектором-0,07 мкг/кг. Шляхом моніторингу вмісту бенз[а]пірену при транспортуванні марга-ринової продукції зі складу олієжирового комбінату до пункту призначення встановлено, що міграція бенз[а]пірену у продукт відбувається на глибину 8-12 мм.

Виявлено вплив органічних розчинників на ступінь вилучення природних антиоксидантів (токоферолів) та розроблено методику їх визначення з використанням обернено фазової ВЕРХ. Одержані нові наукові дані щодо кінетики витрачання токоферолів при зберіганні соняшникової олії.

Розроблено науково-обґрунтовану методику визначення консервантів в олієжировмістивних продуктах, яка базується на сполученні нетрадиційної пробопідготовки та методів високоефективної рідинної хроматографії та капілярного електрофорезу.

Практичне значення одержаних результатів для олієжирової промисловості полягає у створенні комплексу сучасних методів та методик визначення показників безпеки початкової сировини та готової продукції, необхідних для відповідних схем технохімічного контролю:

- виявлено можливість адаптації екстрактів матриць із насіння олійних культур, рослинних олій та олієжировмісних продуктів до тест-систем, призначених для визначення синтетичних піретроїдів, сим-триазинів та похідних ФКК у водних системах, що надає можливість використання їх для скринінгу зазначених пестицидів при здійсненні технохімічного контролю вхідної сировини;

- розроблено методики визначення пестицидів різних груп (хлорорганічних, фосфор-органічних, синтетичних піретроїдів, сим-триазинів та похідних ФКК) в оліях, насінні олійних культур та олієжировмісних продуктах методами ГРХ, ІФА, ВЕРХ, КЕ, ГРХ/МС;

- розроблено методику визначення масової частки бенз[а]пірену в оліях методами ВЕРХ, ГРХ/МС;

- розроблено схему визначення пестицидів різних груп (хлорорганічних, фосфор-органічних, синтетичних піретроїдів, сим-триазинів, похідних ФКК) в олієжировій сировині, рослинних оліях та олієжировмісних продуктах в технології одержання та переробки олійних культур з урахуванням критичних точок за показниками безпеки;

- розроблено методику визначення масової частки синтетичних консервантів (бензойної, сорбінової кислот та їх солей) методами ВЕРХ, КЕ та встановлено залежність часу утримання бензойної та сорбінової кислот від значення рН буферного розчину елюючої суміші;

- впроваджено систему внутрішнього контролю точності вимірювань показників безпеки олій та олієжировмісних продуктів на основі внутрішньолабораторного зразку, сертифікованого референсного матеріалу;

Практичне значення роботи підтверджено упровадженням у виробничій лабораторії ЗАТ «Запорізького олієжирокомбінату» (м.Запоріжжя), а також розробкою нормативного документу- ДСТУ4689:2006 «Продукти харчові. Методи визначення масової частки бенз[а]пірену»

Результати досліджень використовуються в навчальному процесі на кафедрі технології м'яса, м'ясних та олієжирових продуктів Національного університету харчових технологій МОН України при підготовці студентів за спеціальністю 7.091705 «Технологія жирів та жирозамінників».

Особистий внесок здобувача. Основні положення дисертаційної роботи одержано здобувачем самостійно. Серед них: виконання теоретичної та експериментальної частини роботи, інтерпретація одержаними результатами і їх статистичної обробки та аналізу одержаних даних, формулювання висновків дисертації, розробка нормативної документації, впровадження отриманих результатів у виробництво та навчальний процес. Постановку мети і задач досліджень, обговорення і аналіз одержаних результатів виконано разом з науковим керівником.

Апробація результатів дисертації. Основні положення дисертаційної роботи доповідались, обговорювались та були схвалені на : 73-ій, 75-й, 76-й Науковій конференції молодих учених, аспірантів і студентів НУХТ(Київ, 2007, 2009, 2010 рр.), 7-й Міжнародній конференції „Масложировая индустрия - 2007” (г. Санкт-Петербург, 2007г.), Міжнародній науково-технічній конференції „Хімія та технологія жирів” (м. Алушта 2008р.), Міжнародній науково-технічній конференції "Химия и технология жиров. Перспективы развития масложировой отрасли”, (Алушта, 2009 р.).

Публікації. Основні положення дисертаційної роботи висвітлені в 15 наукових працях, у тому числі : 9 - у наукових фахових виданнях ВАК України.

Структура і обсяг роботи. Дисертація складається із вступу, чотирьох розділів, висновків, списку використаних джерел, додатків. Повний обсяг дисертаційної роботи складає 182 сторінки друкованого тексту. Робота містить 54 рисунки за текстом, 27 таблиць за текстом, 4 додатки на 10 сторінках і список використаних джерел із 178 найменувань на 19 сторінках.

ОСНОВНИЙ ЗМІСТ ДИСЕРТАЦІЙНОЇ РОБОТИ

У вступі відзначено актуальність теми досліджень, показано зв'язок роботи з науковими темами, програмами, сформульовано мету та задачі досліджень. Висвітлено наукову новизну і практичне значення дисертаційної роботи, особистий внесок здобувача.

У першому розділі представлено аналітичний огляд, в якому проаналізовано методи контролю показників безпеки в технології олієжировмісних продуктів. Наведено методики та методи визначення масової частки пестицидів різних груп, поліциклічних ароматичних вуглеводнів, синтетичних консервантів, природних антиоксидантів. Аналіз літературних джерел показав, що для ефективної роботи підприємств олійножирової галузі з огляду на вимоги СОТ особливо актуальні інноваційні технології рослинних олій і олійножирових продуктів та сучасні методи оцінки їхньої безпеки. Обґрунтовано необхідність розробки нових методик із використанням сучасних інструментальних методів, таких як ГРХ, ВЕРХ, ГРХ/МС, ІФА, КЕ та удосконалення їх технологічного процесу (температура, градієнт температури, нерухома рідка фаза, швидкість газових потоків, значення рН буферного розчину, елююючої суміші тощо). На основі аналізу літературних джерел сформульовано основні напрямки досліджень.

У другому розділі викладено відомості про об'єкти досліджень, наведено методи та описані експериментальні установки та методики, які були удосконалені та пристосовані здобувачем для визначення показників безпеки. Обґрунтовано комплекс показників, що досліджувались під час виконання дисертаційної роботи. Експериментальні дослідження проводились у Проблемній науково-дослідній лабораторії Національного університету харчових технологій та Науково-дослідному центрі випробувань продукції ДП «Укрметерте-стстандарт»(м.Київ). Обробка результатів експериментів здійснювалось методами математичної статистики із застосуванням програмних пакетів Galaxie, Agilent Technologies Chemstation, Microsoft Office Excel.

У третьому розділі наведено класифікацію екотоксикантів, які є забруднювачами олійних культур, рослинних олій та олієжировмісних продуктів.

Слід підкреслити, що проблема оцінки реального ризику в зв'язку із вживанням людиною продуктів харчування, виготовлених за технологіями з використанням пестицидів, не може бути вирішена без адекватних методів та методик, які повинні забезпечити виявлення та достовірне кількісне визначення залишків пестицидів у оліях, жирах та олієжировмісних продуктах на рівнях гігієнічних нормативів і нижче. Тому для дослідження хлорорганічних пестицидів в олієжировій сировині, рослинних оліях, олієжировмісних продуктах використано метод ГРХ із застосуванням двох хроматографічних колонок. Результати досліджень підтверджували кількісно і якісно на колонках з нерухомими фазами різної полярності. Для досліджень хлорорганічних пестицидів використовували газохроматографічну систему із двома детекторами по захопленню електронів із застосуванням ко-

лонок HP-5 (довжина 30 м, внутрішній діаметр 0,32 мм, товщина фази 0,25 мкм) і HP-50 + (для достовірності результату). Наявність індивідуальних інжекторів з електронним керуванням газами дозволило здійснювати регулювання швидкостей потоку газу-носія окремо для обох колонок. Розділення хлороорганічних пестицидів проводили з використанням газового хроматографу Agilent 6890 N. В якості калібрувального зразка використовували суміш хлороорганічних пестицидів, що містить 17 компонентів з концентрацією кожного компонента 25 мкг/см³, і концентрацією метоксихлору 100 мкг/см³.

Для визначення фосфорорганічних пестицидів та сим-триазинів використано газовий хроматограф фірми Varian CP 3800 з пульсуючим полуменевим-фотометричним детектором (ППФД), колонку HP-5 (довжина 30 м, внутрішній діаметр 0,32 мм, товщина фази 0,25 мкм); для визначення сим-триазинів використовували термоіонний детектор (ТІД), колонку CP SIL 8 /MS(довжина 30 м, внутрішній діаметр 0,32 мм, товщина фази 0,25 мкм).

Розроблена уніфікована методика забезпечує повне екстрагування досліджуваних пестицидів при їх сумісній присутності в зразку. При цьому вона відрізняється від існуючих методик доступністю використаних реактивів, хімічного посуду й апаратури, універсальністю, тобто можливістю визначення в одній пробі до 50 пестицидів різних груп.

Встановлено, що для екстракції пестицидів краще вилучення їх здійснюється за допомогою ацетону і знаходиться в діапазоні 95-98%, а вилучення коекстрактивних речовин при цьому не перевищує 40% (рис. 1).

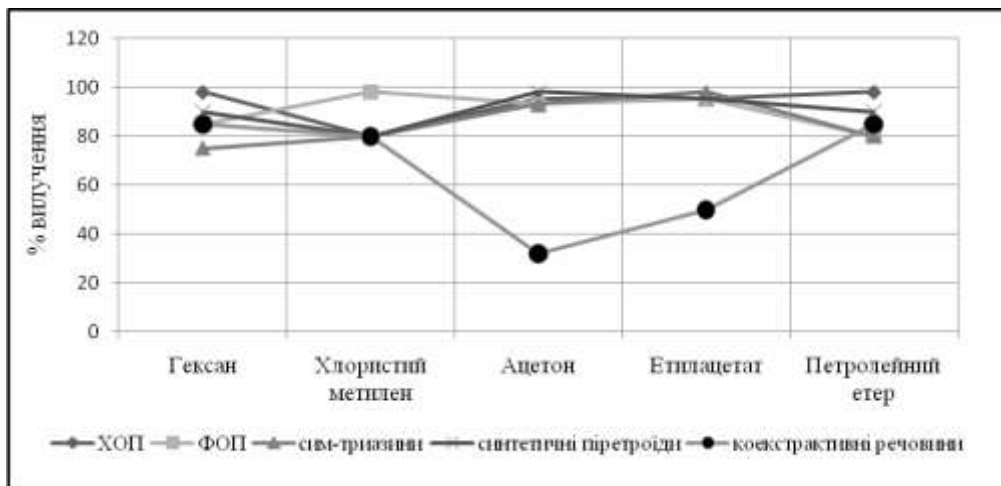


Рис. 1- Вплив органічних розчинників на вилучення пестицидів.

Для скринінгу вмісту пестицидів у олієжировій сировині та олієжировмістивних продуктах виникла потреба у застосуванні відносно недорогого скринінгового методу, а саме методу ІФА.

Проведено адаптацію екстрактів матриць насіння олійних культур, рослинних олій та олієжировмістивних продуктів до тест-систем, призначених для визначення синтетичних піретроїдів, сим-триазинів та похідних ФКК у водних системах. Розроблено методику кі-

лькісного та якісного визначення синтетичних піретроїдів, сим-триазинів та похідних ФКК при їх сумісній присутності в об'єктах рослинного походження (насіння олійних культур, олії, олієжировмістивні продукти) методом імуноферментного аналізу.

Визначення похідних ФКК, сим-триазинів та синтетичних піретроїдів проводили з використанням тест-систем виробництва компаній "Beacon Analytical Systems Inc." (США); Diffchamb S.A.(Франція) та EnviroLogix Inc. (США).

Результати досліджень свідчать про те, що середнє вилучення пестицидів методом ІФА становило 85%. Згідно вимог нормативної документації вилучення пестицидів повинно знаходитись у діапазоні 70-100%. Тому можна вважати метод ІФА придатним для проведення скринінгу олієжирової сировини на наявність пестицидів.

Для вирішення проблеми ідентифікації, кількісного визначення похідних ФКК застосовано метод капілярного електрофорезу.

Для вилучення похідних ФКК із зразків насіння олійних культур застосовували класичну екстракцію з гідролізованої проби органічним розчинником в кілька етапів та твердофазну екстракцію (ТФЕ) на картриджі із зворотньофазовим сорбентом C_{18} . За допомогою цього методу можна виявити похідні ФКК, які знаходяться в пробі як у вільному стані, так і у зв'язаному стані у вигляді кон'югатів з ендogenous речовинами рослинного походження.

Розділення похідних ФКК проводили при позитивній полярності в нейтральних і лужних середовищах, де вони існують у вигляді органічних іонів, на немодифікованому капілярі довжиною 72 см з внутрішнім діаметром 50 мкм. Оптимальними умовами для цього класу сполук виявився 10 мМ боратний буфер з $pH=9,2$ при робочій напрузі 25 кВ. Тривалість аналізу разом з підготовкою капіляру складає 30 хв., але можливо скоротити час аналізу до 20 хв. Пробу вводили гідродинамічним способом. Установивши тиск введення $P_v=50$ мбар, змінювали час введення в інтервалі часу від 5 до 15 с. Задовільному розділенню піків відповідає час 10 с., а при подальшому збільшенні часу введення проби спостерігається явище об'ємного перевантаження системи, уширення зон індивідуальних компонентів і пов'язані з цим труднощі розділення сусідніх піків.

Подальша оптимізація таких параметрів як величина робочої напруги, температури, умов введення проби, геометрична характеристика капіляру, дозволила в цілому вирішити задачу розділення компонентів досліджуваної суміші.

Розроблено схему визначення пестицидів щодо ідентифікації і визначення їх в олієжировій сировині, рослинних оліях та олієжировістивних продуктах в з урахуванням критичних точок за показниками безпеки.

Найважливішим джерелом розповсюдження поліциклічних ароматичних вуглеводнів (ПВ), у тому числі бенз[а]пірену, є атмосфера, що містить більше 90% від сумарних викидів всіх вуглеводнів.

Оскільки рослинні олії використовуються у виробництві харчових продуктів дуже широко, то для зниження в них вмісту бенз[а]пірену, насамперед необхідно знизити його вміст в оліях.

У зв'язку з цим необхідно улаштувати олієжирову галузь технічними засобами, удосконалити технохімічний контроль визначення ПАВ, удосконалити та модернізувати методи і розробити методики визначення бенз[а]пірену для надійної ідентифікації та кількісного визначення його. Це надасть можливість виконання прийнятої міжнародної норми, яка складає 2 мкг/кг, і дозволить знизити ризик токсичної та канцерогенної дії ПАВ на організм людини.

Дослідження бенз[а]пірену методом ВЕРХ проводилось на рідинному хроматографі НР 1100 з флуоресцентним детектором; підтвердження отриманих результатів здійснювалось методом ГРХ/МС на газовому хроматомас-спектрометрі НР 6890/5973 згідно розробленої методики, яка увійшла до ДСТУ4689:2006 «Продукти харчові. Методи визначення масової частки бенз[а]пірену». В таблиці 1 представлені результати міжлабораторних випробувань зразків соняшникової олії з низьким і високим вмістом бенз[а]пірену. Отримані дані свідчать про ефективність розробленого методу визначення бенз[а]пірену.

За допомогою розробленої методики проведено дослідження на вміст бенз[а]пірену рослинних олій та олієжировмістивних продуктів (табл.2). Дослідження показали, що всі досліджувані зразки містили бенз[а]пірен, кількість якого знаходилась в межах від 0,5 до 30,0 мкг/кг(табл.2).

Таблиця 1

Результати міжлабораторних випробувань зразків соняшникової олії та насіння соняшника

Найменування зразків	Вміст бенз[а]пірену, мкг/кг			Розходження результатів, %
	1*	2*	3*	
Олія соняшникова нерафінована (зразок №1)	4,5	4,0	4,2	5,5
Олія соняшникова рафінована	1,2	1,2	1,3	2,7
Насіння соняшника	2,3	2,5	2,7	0
Олія соняшникова (перший віджим)	11	9,1	10	9,1
Олія соняшникова (екстракційна)	14	13	15	7,1
Олія соняшникова нерафінована (зразок №2)	12	11	12,5	7,0

Примітка:

*1 – результати, отримані в лабораторії American Oil Chemists Society (США)

*2 – результати, отримані в лабораторії ДП «Укрметртестстандарт» (м.Київ, Україна)

*3 – результати, отримані в центральній лабораторії з аналізу олій та жирів (Нідерланди)

Вміст бенз[а]пірену (мкг/кг) в олієжировмісних продуктах

Найменування зразка	Вміст бенз[а]пірену, мкг/кг				
	№ 1	№ 2	№ 3	№ 4	№ 5
Майонез	0,5	0,6	5,1	3,6	5,4
Маргарин	0,6	1,9	4,2	6,6	4,8
Спреди	0,8	3,4	1,2	2,0	0,6
Олія ріпакова харчова	0,8	1,4	13,2	8,0	24,0
Олія соняшникова	вміст бенз[а]пірену в межах від 0,9 до 30,0				

Проведено моніторинг вмісту бенз[а]пірену в маргариновій продукції, відібраної від однієї партії зі складу Запорізького ОЖК до і після транспортування автомобілем на велику відстань до пункту призначення. При дослідженні маргаринової продукції (кондитерські жири, маргарини) на вміст бенз[а]пірену виявлено, що під час транспортування він збільшувався, міграція бенз[а]пірену проходить на глибину 8-12 мм (табл.3).

Таблиця 3

Вміст бенз[а]пірену (мкг/кг) в олієжировмісних продуктах

Найменування зразка	Вміст бенз[а]пірену, мкг/кг			
	до транспортування		після транспортування	
	Зразок № 1	Зразок № 2	Зразок № 3	Зразок № 4
Маргарин	0,6	1,9	3,2	5,6
Жир кондитерський	0,5	0,7	1,0	1,3

На підставі приведених даних досліджень можна зробити висновок, що збільшення кількості бенз[а]пірену на поверхні досліджуваної продукції відбувається за рахунок вихлопних газів при перевезенні.

Моніторинг вмісту бенз[а]пірену в рослинних оліях, насінні олійних культур, олієжиро-вмісних продуктах, здійснюється при контролі за безпечністю харчових продуктів і на теперішній час продовжується.

Розроблена методика визначення масової частки бенз[а]пірену увійшла до ДСТУ 4689:2006 „Продукти харчові. Методи визначення масової частки бенз[а]пірену”.

Четвертий розділ присвячено дослідженню кількісного складу природних антиоксидантів та синтетичних консервантів (бензойної, сорбінової кислот та їх солей) у рослинних оліях, маргариновій продукції.

У процесі технологічної обробки рослинної олії вміст біологічно активних компонентів у ній знижується. Під час рафінації олії етап відбілювання спричинює незначний вплив на вміст токоферолів, проте в процесі дезодорації рівень їх різко знижується.

Відомо, що вітамін Е (суміш токоферолів) є природним антиоксидантом. Вміст його у нерафінованих рослинних оліях складає 94–950 мг/кг. Контроль вітаміну Е у оліях, жирах та олієжировмістимій продукції чиниться за методикою, що використовує метод тонкошарової хроматографії, який є напівкількісним методом. Тому представляє інтерес розробка нової сучасної методики, позбавленої цього недоліку.

Для досліджень використано рідинний хроматограф виробництва фірми Hewlett-Packard HP 1100 із флуоресцентним та діодно-матричним детекторами, обернено-фазова колонка Hypersil MOS: діаметр 2,1 мм, довжина 200 мм. Умови хроматографування: мобільна фаза ацетонітрил : вода (70:80), швидкість потоку 0,4 мл на хвилину, температура термостату 40 °С. Флуоресцентний детектор - довжина хвилі збудження 295 нм, поглинання 330 нм. Стандарти вітамінів – чисті речовини виробництва фірми Supelco (США).

На стадії пробопідготовки найважливішим є процес екстракції токоферолу. Органічні розчинники, які використовуються для екстрагування токоферолів, містять домішки, які не тільки заважають визначенню токоферолів, але і руйнують їх в процесі дослідження. Так, наприклад, гексан може містити ненасичені вуглеводні, діетиловий етер – велику кількість пероксидів, які сприяють руйнуванню токоферолів в процесі дослідження. Тому при роботі з діетиловим етером необхідно переконатись у відсутності пероксидів. Для екстракції токоферолів в процесі дослідження вибрані органічні розчинники: гексан Fluka (Германія), діетиловий етер Ridel-de Naën (Швейцарія), діетиловий етер ТУ ОП (Україна), хлористий метилен Sigma (США), а також суміш гексану і діетилового етеру в співвідношенні 80:20.

Результати досліджень впливу органічних розчинників на ступінь вилучення токоферолів показали, що при використанні органічних розчинників для екстрагування токоферолів процент їх вилучення в процесі досліджень коливається в залежності від вибраного розчинника та ступеню його чистоти. Це підтверджується також результатами досліджень сертифікованого зразка арахісової олії з атестованим вмістом токоферолів. Було проведено шість досліджень сертифікованого зразка. Дослідження проводили в різні дні та різними операторами. В результаті проведених досліджень було встановлено, що найбільшу ступінь вилучення токоферолів (98%) було досягнуто при використанні діетилового етеру, вільного від пероксидів (рис.2).

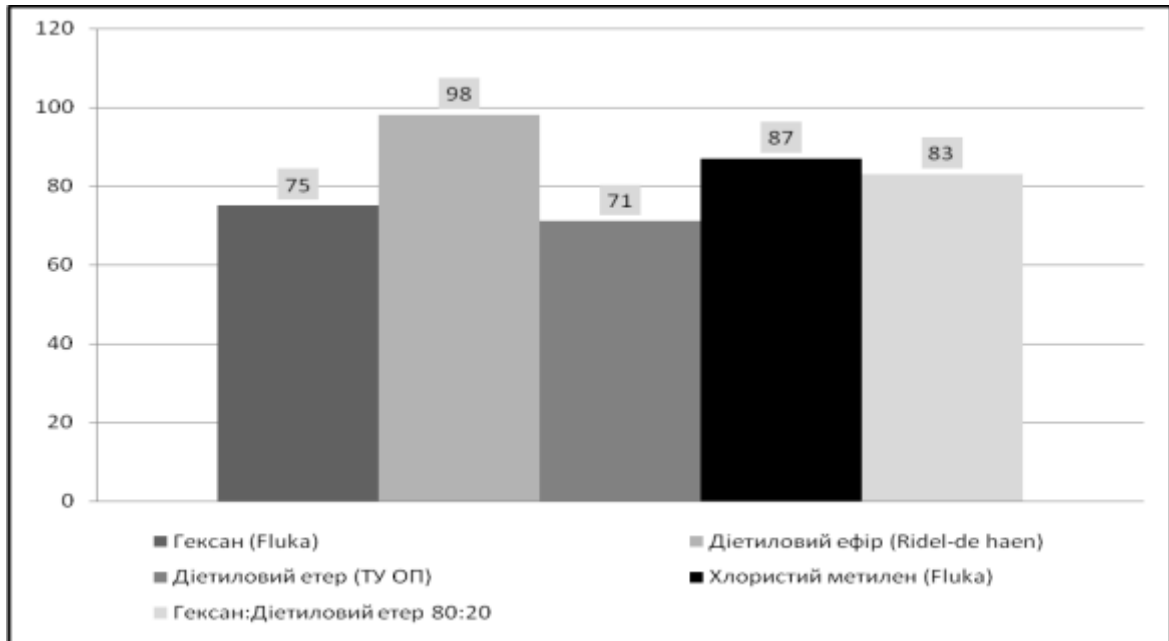
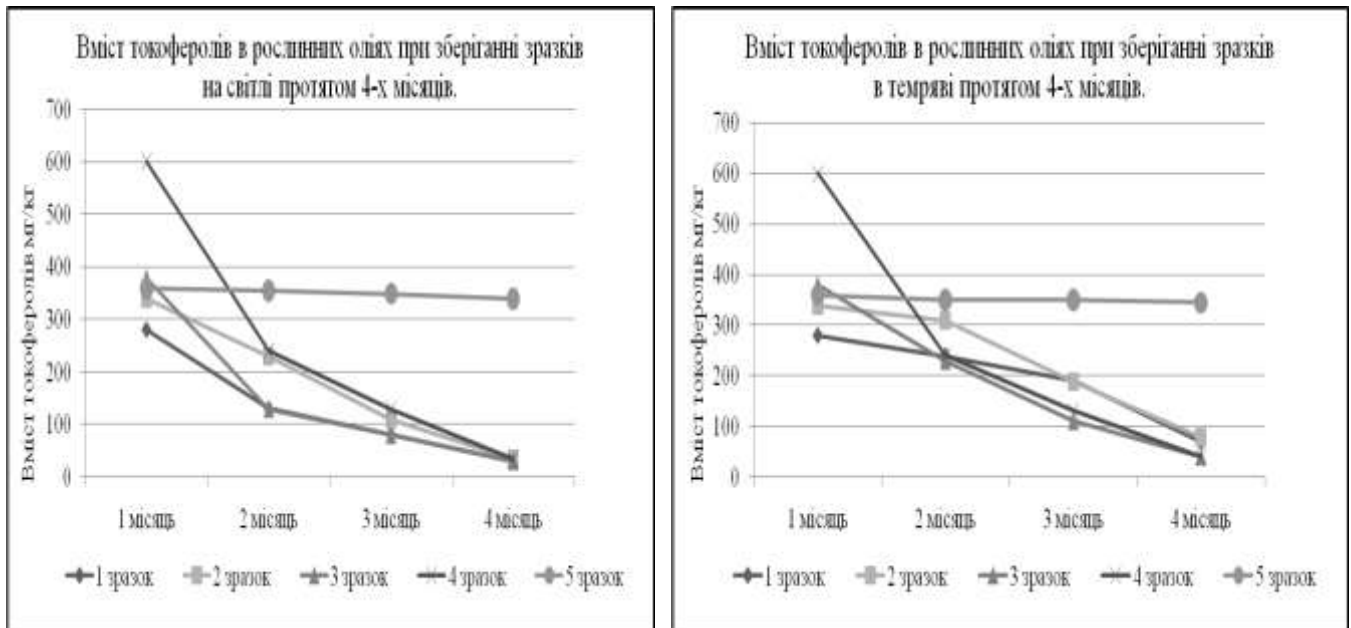


Рис.2- Вилучення токоферолів органічними розчинниками

Розроблену методику визначення токоферолів започатковано для контролю процесу зберігання соняшникової олії холодної рафінації, соняшникової вітамінізованої, соняшникової рафінованої дезодорованої, соняшникової нерафінованої та лляної олії «КТЮЛ» підвищеної біологічної цінності. Зразки зберігались за кімнатної температури у відкритих скляних стаканчиках протягом 4-х місяців при денному світлі і в темряві. На початку досліджень та у кінці кожного місяця визначали вміст токоферолів за описаною вище методикою.

На рис.3 наведено дані щодо зміни токоферолу упродовж терміну зберігання.



1. Соняшникова олія рафінована, дезодорована.
2. Соняшникова олія холодної рафінації.
3. Соняшникова олія не рафінована.

4. Соняшникова олія вітамінізована.
5. Лляна олія підвищеної біологічної цінності.

Результати проведених досліджень свідчать, що під час зберігання соняшникової олії упродовж чотирьох місяців при освітленні та у темряві втрати вітаміну Е перевищували 70-80 % від початкової концентрації залежно від виду олії, технології видобування та переробки (рафінації). Під час зберігання олій при освітленні вміст токоферолів знижується значно інтенсивніше, в темряві процес руйнування вітаміну Е уповільнюється. Вміст токоферолів у лляній олії підвищеної біологічної цінності «КТЮЛ» під час зберігання впродовж чотирьох місяців при освітленні та в темряві, на відміну від соняшникових олій, практично не змінювався.

Результати досліджень показали, що необхідно здійснювати контроль точності проведення аналізу з використанням сертифікованого зразку. Матеріали досліджень увійшли до методики визначення токоферолів на оберненій фазі.

Повсюдне використання консервантів на сучасному етапі виробництва олієжировмістивних продуктів вимагає розроблення швидких і надійних методів контролю за їх вмістом.

Слід зазначити, що на сьогоднішній день в Україні відсутня нормативна документація та офіційні методи на визначення консервантів в олієжирових продуктах. Тому стало доцільним дослідження впливу технологічних факторів на умови розділення консервантів та встановлення оптимальних технологічних умов щодо визначення консервантів в олієжирових продуктах.

Розроблено методику визначення масової частки бензойної кислоти Е-210, сорбінової кислоти Е- 200 та їх солей в олієжировмістивних продуктах методами ВЕРХ, КЕ та встановлено діапазони визначення масової концентрації (табл.4).

Таблиця 4

Діапазони визначення масової концентрації в олієжирових екстрактах методами ВЕРХ і КЕ, мг/дм³.

Назва компонента, що визначався	Діапазон вимірювань масової концентрації в екстракті, мг/дм ³ методом ВЕРХ	Діапазон вимірювань масової концентрації в екстракті, мг/дм ³ методом КЕ
Бензойна кислота	2-20 20-200	10-50
Сорбінова кислота	2-20 20-200	10-50

Для визначення консервантів в досліджуваних зразках недостатньо здійснювати ідентифікацію компонентів лише за часом утримування, а необхідно використовувати іденти-

фікацію компонентів за УФ- спектром. Консерванти мають іоногені властивості і реагують на зміни рН буферного розчину рухомої фази.

Експериментально встановлено залежність часу утримання бензойної та сорбінової кислот від значення рН буферного розчину елюючої суміші (рис. 4).

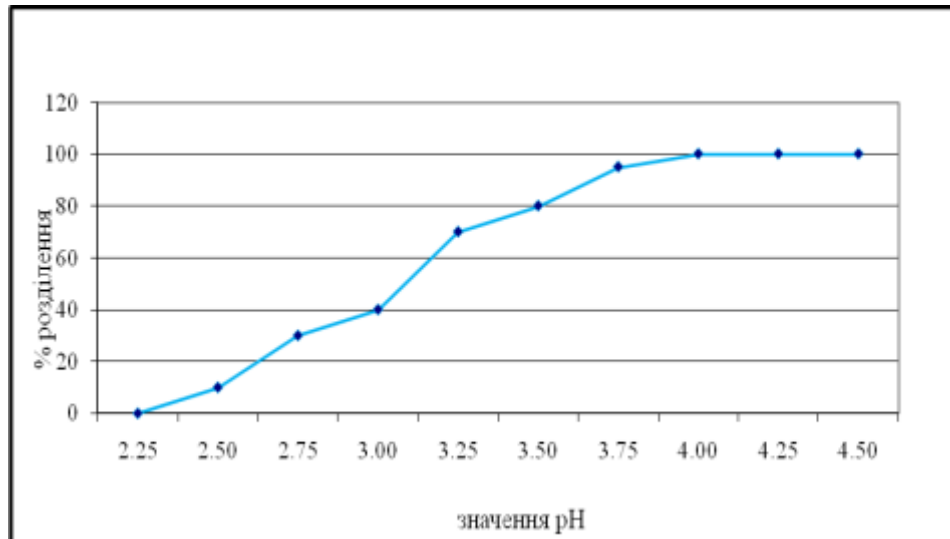


Рис.4- Залежність розділення консервантів від рН буферного розчину

До складу деяких олієжирових продуктів входить модифікований крохмаль, який ускладнює підготовку зразка до визначення консервантів методом ВЕРХ. Тому для вирішення цієї проблеми використано метод капілярного електрофорезу (КЕ).

Встановлено, що для визначення консервантів в олієжировмістивних продуктах, до складу яких входить модифікований крохмаль, найбільш ефективно застосовувати метод КЕ, який відрізняється від ВЕРХ високим ступенем ефективного розділення, простим детектуванням в режимі реального часу, коротким часом досліджень та ефективністю відновлення капіляру.

На підставі виконаних досліджень розроблено практичні рекомендації щодо внесення показників безпеки у схеми технохімічного контролю сировини (олійного насіння) та готової продукції (рослинних олій, майонезу, маргарину).

Розраховано економічний ефект від розробки методик визначення пестицидів різних груп (хлорорганічних, фосфорорганічних, синтетичних піретроїдів, сим-триазинів та похідних ФКК), який становить 1160 грн. на один зразок, а при використанні удосконаленої методики визначення пестицидів різних груп при сумісній їх присутності в насінні олійних культур, рослинних оліях та олієжировмістивних продуктах-232грн. на один зразок. Соціальна ефективність від розробки при їх практичному використанні надасть можливість зменшити негативний вплив пестицидів на здоров'я населення та вплив органічних екотоксикантів на об'єкти навколишнього середовища.

ВИСНОВКИ

У дисертаційній роботі наведено систематизацію теоретичних та прикладних аспектів методів визначення показників безпеки органічних екотоксикантів (пестицидів різних груп, поліароматичних вуглеводнів), природних антиоксидантів, консервантів та перспективне вирішення науково-практичної задачі удосконалення методів контролю показників безпеки в технології олієжирових виробництв.

1. Удосконалено параметри визначення раціональних умов одночасного двоколонкового аналізу хлорорганічних пестицидів (градієнтний режим термостату колонок зі зниженням температури в процесі аналізу та використання режиму постійного потоку газу-носія через колонки) з використанням двох інжекторів і двох електронно-захоплюючих детекторів.

2. Удосконалено умови виділення пестицидів різних груп за умови їх сумісної присутності. Отримані нові дані включено до уніфікованої методики визначення хлорорганічних, фосфорорганічних пестицидів, синтетичних піретроїдів, симтріазинів. Виявлено раціональні параметри роботи блоків ГРХ, ІФА, ВЕРХ, ГРХ/МС, КЕ.

3. Проведено адаптацію екстрактів матриць із насіння олійних культур, рослинних олій та олієжировмісних продуктів до тест-систем, призначених для визначення похідних феноксикарбонових кислот (ФКК), сим-тріазинів та синтетичних піретроїдів у водних системах;

-експериментально встановлено, що метод імуноферментного аналізу (ІФА) найбільш придатний для скринінгу та кількісного визначення залишкових кількостей пестицидів;

- виявлено раціональні умови хроматографічного розділення та розроблена методика кількісного визначення похідних ФКК у насінні олійних культур методом капілярного зонального електрофорезу. Експериментально доведено оптимальні умови хроматографування, а саме рН буферного розчину 9,4 внутрішній діаметр капіляру 50 мкм та довжина капіляру 80 см.

4. Виявлено, що кількісне визначення бенз[а]пірену можливе за умови використання внутрішнього стандарту, а позитивні результати потребують підтвердження методом газової хроматомас-спектрометрії. На підставі отриманих даних розроблено методику визначення масової частки бенз[а]пірену в оліях методами ВЕРХ, ГРХ-МС, а також розроблено нормативну документацію, зокрема ДСТУ4689:2006 «Продукти харчові. Методи визначення масової частки бенз[а]пірену».

Показано необхідність проведення моніторингу вмісту бенз[а]пірену в рослинних оліях та олієжировмісних продуктах для здійснення контролю безпеки цієї групи харчових продуктів. Експериментально встановлено що під час транспортування олієжирової продукції міграція бенз[а]пірену проходить на глибину 8-12 мм.

5. Визначено раціональні умови пробопідготовки (підбір екстрагенту) та розроблено методику кількісного визначення токоферолів методом ВЕРХ.

Виявлено, що ступінь витрачання токоферолу під час зберігання рослинної олії протягом 4-х місяців сягає 60-70 %.

6. Розроблено методику визначення синтетичних консервантів в олієжировмістивних продуктах. Встановлено залежність часу утримання бензойної і сорбінової кислот від значення рН буферного розчину елююючої системи. Виявлено, що для визначення консервантів в олієжирових продуктах до складу яких входить модифікований крохмаль, найбільш ефективно застосовувати метод капілярного електрофорезу (КЕ).

7. Результати роботи впровадженно у виробничій лабораторії ЗАТ «Запорізького олієжирокомбінату» у схемах техноіміконтролю сировини та готової продукції і навчальному процесі на кафедрі технології м'яса, м'ясних та олієжирових продуктів Національного університету харчових технологій МОН України при підготовці студентів за спеціальністю 7.091705 «Технологія жирів та жирозамінників».

СПИСОК ПРАЦЬ, ОПУБЛІКОВАНИХ ЗА ТЕМОЮ ДИСЕРТАЦІЇ

1. Левчук І.В. Інноваційні технології та безпечність олій / М. Осейко, І.Левчук, В.Кіщенко // Харчова і переробна промисловість. К.:НУХТ,2007.-Вип.11(339).-С. 17-20.

Здобувачем проведено планування та експериментальні дослідження на вміст бенз[а]пірену рослинних олій та олієжировмістивних продуктів, узагальнення даних.

2. Левчук И.В. Определение токоферолов в маслах масложиродержащих продуктах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии / В.А. Кищенко, И.В. Левчук, С.Г. Ефименко //Масличные культуры. Научно-технический бюллетень Всероссийского научно-исследовательского института масличных культур.Краснодар: ВНИИМК, 2007.-Вып. №2. (137).-С.35-38.

Здобувачем проведено планування експерименту, проведено експериментальні дослідження, запропоновано метод визначення токоферолів методом обернено-фазової ВЕРХ.

3. Левчук И.В. Влияние органических растворителей на определение содержания токоферолов в растительных маслах / В.А. Кищенко, И.В. Левчук, С.Г. Ефименко // Масличные культуры. Научно-технический бюллетень Всероссийского научно-исследовательского института масличных культур.Краснодар: ВНИИМК, 2007.-Вып. №2 (138).-С.82-84.

Здобувачем проведено експериментальні дослідження впливу органічних розчинників на вилучення токоферолів із проб рослинних олій, обробка результатів експерименту.

4. Левчук І.В. Технологія процесу швидкого аналізу при визначенні хлорорганічних пестицидів методом ГРХ-ЕЗД з використанням двох колонок / І.В.Левчук, В.А.Кіщенко, П.Ф. Петик // Вісник Національного технічного університету „Харківський політехнічний інститут”.- Харків:НТУ «ХПІ», 2008.-№.3.-С.71.

Здобувачем встановлено раціональні параметри роботи блоків ГРХ (градієнт температури, швидкість носія, використання двох колонок, двох детекторів по захопленню електронів, двох інжекторів), планування експерименту, експериментальні дослідження, обробку результатів.

5. Левчук І.В. Масла и маслосодержащие продукты. Определение бенз[а]пирена методами ВЭЖХ и ГЖХ-МС / Левчук И.В., Кищенко В.А. // Вісник Національного технічного університету „Харківський політехнічний інститут”.- Харків:НТУ «ХПІ», 2008.-№.43.-С.51.

Здобувачем проведено планування експерименту, експериментальні дослідження щодо межі кількісного визначення бенз[а]пірену методом газорідинної хроматографії з мас-селективним детектором (ГРХ-МС), методом ВЕРХ з флуоресцентним детектором.

6. Левчук І.В. Удосконалення технології процесу визначення пестицидів в зерні методом імуноферментного аналізу / Левчук І.В., Кищенко В.А., Голубець О.В. // Харчова промисловість.-К.: НУХТ, 2008 .-№.7.-С.25.

Здобувачем визначено раціональні технологічні умови виділення та режими розділення органічних екотоксикантів в об'єктах рослинного походження (насіння олійних культур, олії, олієжировмісні продукти) методом ІФА, проведено аналіз літературних джерел, планування експерименту, експериментальні дослідження, обробку результатів.

7.Левчук І.В. Інноваційні технології та безпечність олієжирової продукції / М. Осейко, В.Кищенко, І.Левчук// Харчова і переробна промисловість. К.:НУХТ, 2008.-Вип.3(343).-С. 22.

Здобувачем проведено аналіз літературних джерел, планування експерименту, експериментальні дослідження, обробку результатів.

8. Левчук І.В. Вміст токоферолів у оліях під час зберігання та їх роль у забезпеченні якості й безпечності продукції / М. Осейко, В.Кищенко, І.Левчук та ін. // Харчова й переробна промисловість. К.:НУХТ, 2009.-№.2-3 (354-355). - С.17.

Здобувачем проведено комплексні експериментальні дослідження, розглянуто кінетику витрачання токоферолів при зберіганні соняшникової олії.

9. Левчук І.В. Застосування капілярного електрофорезу для ідентифікації в насінні соняшнику гербіцидів класу хлорфеноксикарбонових кислот / І.В.Левчук, М.І. Осейко // Прогресивні техніка та технологія харчових виробництв ресторанного господарства і торгівлі. Збірник праць.- Харків.: ХДУХТ, 2009.-Вип.1(9).-С.540-547.

Здобувачем проведено планування експерименту, експериментальні дослідження, запропоновано метод КЕ для визначення гербіцидів класу хлорфеноксикарбонових кислот в насінні соняшнику, обробку результатів експериментів.

10. Левчук І.В. Удосконалення технології олій і добавок: визначення токоферолів методом високоефективної рідинної хроматографії/М.І. Осейко, І.В.Левчук, В.А. Кищенко// програма і матеріали 73-ї наукової конференції молодих учених, аспірантів і студентів ["Наукові здобутки молоді — вирішенню проблем харчування людства у ХХІ столітті"],

(Київ, 2007 р.) / М-во освіти та науки, Національний ун-т харчових техн. - К.: НУХТ, 2007.- С.21.

Здобувачем запропоновано для визначення природних антиоксидантів (токоферолів) метод ВЕРХ та для точності визначення токоферолів застосування сетифікованого зразка.

11. Левчук І.В. Масла и маслосодержащие продукты. Определение бенз[а]пірена методами ВЭЖХ и ГЖХ-МС. / [В.А.Кіщенко, І.В.Левчук, П.Ф.Петик та ін.]// 7-я Международная конференция [„Масложировая индустрия-2007”], (Санкт-Петербург, 2007 г.) / С-Петербург: ВНИИЖМ, - С.56-57.

Здобувачем запропоновано новий метод очищення олій, жирів та олієжировмісних продуктів з використанням сорбентів для вилучення надшкідливих органічних екотоксикантів.

12. Левчук І.В. Удосконалення технології процесу визначення пестицидів в зерні та олієжировмісних продуктах методом імуноферментного аналізу/І.В.Левчук, В.А. Кіщенко О.В. Голубець// Міжнародна науково-технічна конференція [“Хімія та технологія жирів”], (Алушта, 2008 р.) / Алушта-Харків: НТУ «ХП»,2008. - С. 85

Здобувачем проведено експериментальні дослідження та запропоновано визначення пестицидів в насінні олійних культур методом ІФА, підготовлено доповідь.

13.Левчук І.В. Дослідження маргаринової продукції на вміст бенз[а]пірену/І.В.Левчук, Т.В.Рубель, М.Осейко// тези доповідей 75-ї наукова конференції молодих учених, аспірантів і студентів [“Наукові здобутки молоді — вирішенню проблем харчування людства у ХХІ столітті”], (Київ, 2009 р.) / Національний ун-т харчових техн. - К.: НУХТ, 2009.- С.204

Здобувачем проведено аналіз літературних джерел, планування та експериментальні дослідження маргаринової продукції на вміст бенз[а]пірену та розглянуто його міграцію.

14. Левчук І.В. Инновационные технологии определения консервантов в масложировых продуктах /І.В.Левчук,В.А. Кіщенко,М. Осейко//Международная научно-техническая конференции [“Химия и технология жиров. Перспективы развития масложировой отрасли ”], (Алушта, 2009 р.) / Алушта-Харків: НТУ «ХП»,2009. - С. 76.

Здобувачем проведено експериментальні дослідження та запропоновано визначення консервантів методами ВЕРХ та КЕ.

15. Левчук І.В. Перспективи удосконалення методів аналізу бенз[а]пірену в оліях та олієжирових прдуктів/І.В. Левчук, М. Осейко// 76-а наукова конференція молодих учених, аспірантів і студентів [“Наукові здобутки молоді — вирішенню проблем харчування людства у ХХІ столітті”], (Київ, 2010 р.) / Національний ун-т харчових техн. - К.: НУХТ, 2010.- С. 104.

Здобувачем проведено експериментальні дослідження та запропоновано удосконалення методу визначення бенз[а]пірену.

АНОТАЦІЇ

Левчук І.В. Удосконалення методів контролю показників безпеки у технології олієжирових виробництв- Рукопис.

Дисертація на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук за спеціальністю 05.18.06 – технологія жирів, ефірних масел і парфумерно-косметичних продуктів.- Національний університет харчових технологій, Київ, 2010р.

Дисертацію присвячено розробці сучасних методів (ГРХ, ІФА, ВЕРХ, ГРХ/МС, КЕ) контролю показників безпеки - пестицидів різних груп (хлорорганічних, фосфорорганічних, сим-триазинів, синтетичних піретроїдів, похідних ФКК), поліароматичних вуглеводнів, природних антиоксидантів, синтетичних консервантів в олієжировій сировині та готовій продукції.

Роботу спрямовано на систематизацію теоретичних та прикладних аспектів методів визначення зазначених показників безпеки, природних та синтетичних домішок.

В результаті роботи розроблено методи та методики визначення показників безпеки, а саме: масових часток пестицидів (хлорорганічних, фосфорорганічних, синтетичних піретроїдів, сим-триазинів, похідних ФКК), поліароматичних вуглеводнів, синтетичних консервантів, а також антиоксидантів в рослинних оліях, олієжировмісних продуктах та насінні олійних культур.

Розроблено спосіб внутрішнього контролю точності результатів вимірювань показників безпеки, впровадження якого в практику виявилось ефективним.

Рекомендовано при видобутку рослинних олій першого віджиму перевіряти кожен партію сировини (насіння олійних культур) на вміст бенз[а]пірену.

Вперше в Україні проведено адаптацію екстрактів матриць насіння олійних культур, рослинних олій та олієжировмісних продуктів до тест-систем, призначених для визначення синтетичних піретроїдів, сим-триазинів та похідних ФКК у водних системах. Розроблено методику кількісного та якісного визначення синтетичних піретроїдів, сим-триазинів та похідних ФКК при їх сумісній присутності в об'єктах рослинного походження (олійне насіння, рослинні олії, олієжировмісні продукти) методом імуноферментного аналізу. Проведено оцінку на придатність тест-системи при використанні розробленої методики.

У результаті виконаних досліджень одержано нові дані щодо параметрів визначення та ефективних умов розділення пестицидів, консервантів методами ГРХ, КЕ, ВЕРХ, ІФА.

Встановлено закономірності кінетики витрачання токоферолу в деяких рослинних оліях, отриманих в різних технологічних процесах, під час їх зберігання.

Достовірність отриманих результатів і висновків забезпечена застосуванням сучасних методів досліджень, підтверджена математичною обробкою результатів експериментів.

Ключові слова: технологія олієжирових виробництв, олійне насіння, рослинні олії, олієжирова продукція, показники безпеки жирів, технохімічний контроль.

Левчук И.В. Усовершенствование методов контроля показателей безопасности в технологии масложировых производств - Рукопись.

Диссертация на соискание научной степени кандидата технических наук по специальности 05.18.06 – технология жиров, эфирных масел и парфюмерно-косметических продуктов. - Национальный университет пищевых технологий, Киев, 2010г.

Диссертация посвящена разработке современных методов (ГЖХ, ИФА, ВЭЖХ, ГЖХ/МС, КЭ) контроля показателей безопасности -пестицидов разных групп (хлорорганических, фосфор-органических, симм-триазинов, синтетических пиретроидов, производных ФКК), полиароматических углеводов, природных антиоксидантов, синтетических консервантов в масложировом сырье и готовой продукции.

Работа направлена на систематизацию теоретических и прикладных аспектов методов определения указанных показателей безопасности, а именно: массовой доли пестицидов, ПАУ, а также определение синтетических консервантов и антиоксидантов в растительных маслах, жиродержащих продуктах, зерне и семени масличных культур.

Разработаны методы и методики определения показателей безопасности, а именно: массовых долей пестицидов, полиароматических углеводов, консервантов в растительных маслах, масложиродержащих продуктах и масличных культурах.

Разработан способ внутреннего контроля точности результатов измерений показателей безопасности, внедрение которого в практику доказало его эффективность.

Впервые в Украине проведена адаптация экстрактов матриц масличных культур, масел, жиров и маслосодержащих продуктов к тест-системам, предназначенным для определения синтетических пиретроидов, симм-триазинов и производных ФКК в водных системах. Разработана методика количественного и качественного определения синтетических пиретроидов, симм-триазинов и производных ФКК при совместном их присутствии в объектах растительного происхождения (зерно, масла, маслосодержащие продукты) методом иммуноферментного анализа. Проведена оценка на пригодность тест-систем при использовании разработанной методики.

В результате выполненных исследований получены новые данные параметров определения и эффективных условий разделения пестицидов, консервантов методами ГЖХ, КЭ, ВЭЖХ, ИФА.

Разработана методика определения бенз[а]пирена методом ВЭЖХ и ГЖХ/МС. Установлено, что количественное определение бенз[а]пирена возможно при условии использования внутреннего стандарта, а положительные результаты необходимо подтверждать методом газовой хроматомасс-спектрометрии.

В результате проведенных исследований установлено, что содержание бенз[а]пирена в масле подсолнечном находится в пределах от 0,9 до 30,0 мкг/кг; а в семенах и зерне масличных культур содержание бенз[а]пирена находится в пределах от 0,5 до 25,0 мкг/кг.

Доказана необходимость проведения мониторинга за содержанием бенз[а]пирена в растительных маслах, жирах, а также в жиросодержащих продуктах при осуществлении теххимконтроля на производстве.

Впервые в Украине разработана методика определения консервантов в жиросодержащих продуктах. Установлена зависимость времени удерживания бензойной и сорбиновой кислот от значений рН буферного раствора элюирующей системы. Выявлена закономерность определения консервантов в масложировых продуктах. Экспериментально доказано, что для определения консервантов в масложировой продукции, в состав которых входят эмульгаторы и стабилизаторы, наиболее эффективно применение метода капиллярного электрофореза (КЭ).

Установлена закономерность кинетики содержания токоферолов в растительных маслах, полученных в разных технологических процессах, во время их хранения.

Результаты исследований используются в учебном процессе на кафедре технологии мяса, мясных и масложировых продуктов Национального университета пищевых технологий МОН Украины при подготовке бакалавров, специалистов, магистров.

Приоритетность исследований подтверждена ДСТУ4689:2006 «Продукти харчові. Методи визначення масової частки бенз[а]пірену».

Достоверность полученных результатов и выводов обеспечена использованием современных методов исследований, подтверждена математической обработкой результатов экспериментов.

Ключевые слова: технология масложировых производств, семена масличных культур, растительные масла, масложировая продукция, показатели безопасности жиров, теххимический контроль.

Levchuk I.V. Improvement of methods of safety indicators control in fat-and-oil production technology- The manuscript.

Thesis for obtaining the Doctor of Science Degree. Speciality 05.18.06 – technology of fats, essential oils and perfume-cosmetic products. – National university of food technologies, Kyiv - 2010.

The work is devoted to development of modern methods (GLC, CZE, HPLC and ELISA) of safety indicators control, the pesticides of different groups (organochloride, organophosphorous, sym- triazines, synthetic pyrethroids, phenoxy-acetic acid derivatives), polyaromatic hydrocarbons, natural antioxidants, synthetic preservatives in fat-and-oil containing raw materials and end products.

The work concerns the systematization of theoretical and applied aspects of safety control indicators methods as well as natural and synthetic admixtures.

The techniques of safety indicators measuring have been developed, namely pesticides (organochloride, organophosphorous, sym- triazines, synthetic pyrethroids, phenoxy-acetic acid

derivatives), polyaromatic hydrocarbons, synthetic preservatives as well as antioxidants in vegetable oils, fat-and-oil products and oilseeds.

There has been developed the method of internal accuracy control of safety indicators results which practical using has proved its efficiency.

It is recommended to check each charge of raw materials (oilseeds grain) on benzo[a]pyrene presence while extracting vegetable oils by first cold press.

For the first time in Ukraine extracts of oilseeds matrixes, oils, fats and oil products have been adapted to test systems dealing with determination of synthetic pyrethroids, sym- triazines and phenoxy-acetic acid derivatives in aqueous systems. The method for qualitative and quantitative determination of synthetic pyrethroids, sym- triazines and phenoxy-acetic acid derivatives under their simultaneous presence in seed, oils and oil products has been developed by immunoenzymatic assay. Test systems have been validated by the method developed.

As a result, the new data of determination and optimization parameters of pesticides and preservatives separation by GC, CZE, HPLC and ELISA methods have been obtained.

Kinetics of tocopherol spending in vegetable oils obtained by different technological processes has been determined while storing.

Veracity of the obtained results and conclusions is guaranteed by the using of modern investigation techniques and is proved by mathematic treatment of the research findings.

Key words: fat-and-oil production technology, oilseeds, vegetable oils, fat-containing products, safety performance of fats, techno-chemical control.

A handwritten signature in black ink, appearing to be 'M. B. ...', located at the bottom center of the page.