



ТОВАРИ І РИНКИ

№ 2 (24)
2017

Міжнародний науково-практичний журнал

Том I

Виходить два рази на рік. Виходить друком з березня 2006 р.

Журнал визнано ДАК України як фахове видання з технічних наук

МІЖНАРОДНА РАДА

БЕЛОСТЄЧНИК Григорій, ректор Молдавської економічної академії,
Кишинів, Республіка Молдова

КУДРЯШОВА Олександра, президент Міжнародного центру
харчування і відновлення здоров'я, Нью-Джерсі, США

ЛЕБЕДЄВА Світлана, ректор Білоруського торговельно-економічного
університету споживчої кооперації, Гомель, Білорусь

Лі Йонг-Хак, президент Корейського товариства товарознавців
і технологів, Сеул, Корея

ЛУЧЕТТІ Марія Клаудія, президент Міжнародного товариства
товарознавців і технологів (IGWT), Рим, Італія

МІТСУІ Міцухарі, професор Комерційного університету Кобе, Японія

ПАМФІЛІЄ Родіка, віце-президент Міжнародного товариства
товарознавців і технологів, декан факультету торгівлі Бухарестського
економічного університету, Бухарест, Румунія

РУЖЕВІЧЮС Юозас, президент Литовського товариства товарознавців
і технологів, професор Вільнюського університету, Вільнюс, Литва

СТОЙКОВА Теменуга, професор кафедри товарознавства, доцент
Варненського економічного університету, Варна, Болгарія

ТАУБЕР Роман Давід, президент Міжнародного інституту готельного бізнесу,
ресторанного господарства і туризму, ректор Академії готельного
менеджменту і кейтерингу в Познані, Польща

ФОГЕЛЬ Герхард, віце-президент Міжнародного товариства товарознавців
і технологів, професор Технологічного інституту, Відень, Австрія

ФОЛТИНОВИЧ Зенон, професор Познанського економічного
університету, Познань, Польща

ХОХУЛІ Анджей, віце-президент Міжнародного товариства товарознавців
і технологів, ректор Краківського економічного університету, Краків, Польща

Засновник, редакція, видавець і виготовлювач
Київський національний торговельно-економічний
університет.

Зав. редакції **В. І. МАНДРИКА**

Редактори **А. П. ДОЛГАЯ,**

О. Б. МОЙСІЄНКО, В. В. ОСІЄВСЬКА

Художньо-технічне редагування

та комп'ютерне верстання **І. В. КРИВИЦЬКОЇ**

Підписано до друку 15.12.2017. Тираж 200 пр. Зам. 1695.

Адреса редакції, видавця, виготовлювача:
вул. Кіото, 19, м. Київ-156,
Україна, 02156.

Телефон редакції 529-20-70;
факс 513-85-36,

e-mail: mandryka@knteu.kiev.ua

РЕДАКЦІЙНА КОЛЕГІЯ

МАЗАРАКІ А. А., д. е. н.,
професор, головний редактор

ПРИТУЛЬСЬКА Н. В., д. т. н.,
професор, заступник головного
редактора

МЕЛЬНИЧЕНКО С. В., д. е. н.,
професор, відповідальний секретар
БЕЛІНСЬКА С. О., д. т. н., професор

БЛАНК І. О., д. е. н., професор

ВИСОЧИН І. В., д. е. н., доцент

ГНІЦЕВИЧ В. А., д. т. н., професор

ГУЛІЧ М. П., д. м. н., професор

ГУЛЯЄВА Н. М., к. е. н., доцент

ЖМУДЬ Б., к. х. н., доцент (Швеція)

ІНДУТНИЙ В. В., д. т. н., професор

КРАВЧЕНКО М. Ф., д. т. н., професор

ЛАГУТІН В. Д., д. е. н., професор

ЛЕБСЬКА Т. К., д. т. н., професор

ЛЕВАНДОВСЬКИЙ Л. В., д. т. н.,
професор

МЕЛЬНИК Т. М., д. е. н., професор

МЕРЕЖКО Н. В., д. т. н., професор

МИРОНЮК Г. І., к. х. н.

МОКРОУСОВА О. Р., д. т. н., професор

ОСИКА В. А., к. т. н., доцент

ПАШКО П. В., д. е. н.

РУДАВСЬКА Г. Б., д. с.-г. н., професор

СИДОРЕНКО О. В., д. т. н., професор

ТКАЧЕНКО Т. І., д. е. н., професор

ШУЛЬГА Н. П., д. е. н., професор

ЯЗАМІ Р., професор (Сингапур)

Свідоцтво про державну реєстрацію
серія КВ № 10007 від 30.06.2005.

Індекс журналу
в Каталозі видань України на 2018 рік – 89866.

Надруковано на обладнанні КНТЕУ.

Свідоцтво суб'єкта видавничої справи
серія ДК № 4620 від 03.10.2013.

Видається за рекомендацією Вченої ради КНТЕУ
(протокол засідання № 4 від 30.11.2017).

Передрук і переклади матеріалів, опублікованих
у журналі, дозволяються лише зі згоди автора та редакції.

Журнал представлено в міжнародних і національних
наукометричних базах: індекс Копернікус (*Index Copernicus*);
реферативна база даних "Україніка наукова", а також
у пошуковій системі Академії Google (*Google Scholar*).

З М І С Т

ПРОБЛЕМИ БЕЗПЕЧНОСТІ ТОВАРІВ	
Федорова Д. Безпечність сухих риборослинних напфівфабрикатів 5	
МЕТОДОЛОГІЧНІ АСПЕКТИ ОЦІНЮВАННЯ ЯКОСТІ ТОВАРІВ	
Zhukova Ya., Petrov P., Klimenko L. Express method of quantitative determination of urea in milk 17	
УДОСКОНАЛЕННЯ СПОЖИВЧИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ НЕПРОДОВОЛЬЧИХ ТОВАРІВ	
Гілевич Ю., Озоліна Н., Кучма Є. Маркування одягу захисного за вимогами міжнародних стандартів 36	
Палієнко О. Оцінка морозостійкості керамічної плитки 43	
ДОСЛІДЖЕННЯ ЯКОСТІ ХАРЧОВИХ ПРОДУКТІВ	
Сидоренко О., Боліла Н., Шаповал С. Споживні властивості жиру акул катран (<i>Squalus acanthias</i>)..... 50	Мотузка Ю. Харчова та енергетична цінність продуктів для спеціальних медичних цілей 59
	Lebskaya T., Pavluchenko Yu., Moisiienko O. Quality and safety of preserves from the Black Sea garana meat..... 66
	Сирохман І., Бойдуник Р. Вплив добавок-антиоксидантів на якість жирових начинок вафельних тортів 77
	НОВІТНІ ТЕХНОЛОГІЇ ХАРЧОВИХ ПРОДУКТІВ
	Кравченко М., Піддубний В., Романовська О. Структурно-механічні властивості бісквітного тіста з борошном "Здоров'я" 86
	Гніцевич В., Чикун Н., Гончар Ю. Кінетика ферментолізу лактози молочної сироватки 97

СОДЕРЖАНИЕ

ПРОБЛЕМЫ БЕЗОПАСНОСТИ ТОВАРОВ

- Федорова Д.*
Безопасность сухих
рыборастительных
полуфабрикатов5

МЕТОДОЛОГИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ ОЦЕНКИ КАЧЕСТВА ТОВАРОВ

- Жукова Я., Петров Ф., Клименко Л.*
Экспресс-метод
количественного определения
мочевини в молоке17

СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ ПОТРЕБИТЕЛЬСКИХ СВОЙСТВ НЕПРОДО- ВОЛЬСТВЕННЫХ ТОВАРОВ

- Гилевич Ю., Озолина Н., Кучма Е.*
Маркировка одежды
защитной согласно
требованиям международных
стандартов36

- Палиенко Е.*
Оценка морозостойкости
керамической плитки43

ИССЛЕДОВАНИЕ КАЧЕСТВА ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ

- Сидоренко Е., Болила Н., Шаповал С.*
Потребительские свойства
жира акулы катран
(*Squalus acanthias*)50

- Мотузка Ю.*
Пищевая и энергетическая
ценность продуктов
для специальных
медицинских целей59

- Лебская Т., Павлюченко Ю.,
Мойсиенко О.*
Качество
и безопасность
пресервов
из мяса рапаны
черноморской66

- Сирохман И., Бойдуник Р.*
Влияние добавок-
антиоксидантов
на качество
жировых
начинок вафельных
тортов77

НОВЕЙШИЕ ТЕХНОЛОГИИ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ

- Кравченко М., Поддубный В.,
Романовская О.*
Структурно-механические
свойства бисквитного теста
с мукой "Здоровье"86

- Гнищевич В., Чикун Н., Гончар Ю.*
Кинетика ферментализа
лактозы молочной
сыворотки97

C O N T E N T

PROBLEMS OF GOOD SAFETY

- Fedorova D.*
Safety of dried fish
and plant semi-products5

METHODOLOGICAL ASPECTS OF GOODS QUALITY EVALUATION

- Zhukova Ya., Petrov P., Klimenko L.*
Express method of quantitative
determination of urea in milk..... 17

IMPROVEMENT OF CONSUMER PROPERTIES OF NONFOODS

- Gilevich I., Ozolina N., Kuchma E.*
Marking of protective
clothing in accordance
with international standards 36

- Paliienko O.*
Frost resistance assessment
of ceramic tiles..... 43

RESEARCHES OF FOODSTUFF'S QUALITY

- Sydorenko O., Bolila N., Shapoval S.*
Consumer properties of dogfish
liver oil (*Squalus acanthias*)..... 50

- Motuzka I.*
Nutritional and energy value
of products for special
medical purposes..... 59

- Lebskaya T., Pavluchenko Yu.,
Moisiienko O.*
Quality and safety
of preserves from
the Black Sea rapana meat..... 66

- Syrokhman I., Boydunyk R.*
Influence
of antioxidant
additives on the quality
of waffle cake fatty fillings 77

INNOVATION TECHNOLOGIES OF THE FOOD-STUFFS

- Kravchenko M., Piddubnuy V.,
Romanovskaya O.*
Structural
and mechanical properties
of egg sponge
dough with flour
"Zdorovia" 86

- Gnitsevyh V., Chykun N., Honchar Y.*
Kinetics of fermentation
of lactose whey 97

ПРОБЛЕМИ БЕЗПЕЧНОСТІ ТОВАРІВ

УДК 637.56-027.45

Діна ФЕДОРОВА

БЕЗПЕЧНІСТЬ СУХИХ РИБОРΟΣЛИННИХ НАПІВФАБРИКАТІВ

Досліджено показники безпеки сухих риборослинних напівфабрикатів: вміст токсичних елементів, радіонуклідів, пестицидів, N-нітрозамінів, кількісний та якісний склад мікрофлори протягом рекомендованого терміну зберігання. Визначено, що досліджувані продукти відповідають вимогам чинного законодавства.

Ключові слова: безпека, сухі риборослинні напівфабрикати, токсичні елементи, радіонукліди, пестициди, N-нітрозаміни, мікробіологічні показники.

Федорова Д. Безопасность сухих рыбораствительных полуфабрикатов. Исследованы показатели безопасности сухих рыбораствительных полуфабрикатов: содержание токсичных элементов, радионуклидов, пестицидов, N-нитрозаминов, количественный и качественный состав микрофлоры в течение рекомендованного срока хранения. Определено, что исследуемые продукты соответствуют требованиям действующего законодательства.

Ключевые слова: безопасность, сухие рыбораствительные полуфабрикаты, токсичные элементы, радионуклиды, пестициды, N-нитрозамины, микробиологические показатели.

Постановка проблеми. Однією з нагальних проблем людства залишається продовольча, зокрема дефіцит повноцінного білка та есенційних нутрієнтів. Важливе місце в її вирішенні для населення України належить рибному господарству. Унікальність риби полягає в збалансованості амінокислотного складу її білків, наявності біологічно активних речовин і оздоровчо-профілактичних властивостей, високому ступені засвоюваності.

На сьогодні актуальним є наукове обґрунтування напрямів раціонального використання вітчизняної рибної сировинної бази для виробництва доступної харчової продукції із повноцінними і легкозасвоюваними білками, створення запасу продовольчого резерву для забезпечення сталого рівня продовольчої безпеки країни та зниження рівня імпортозалежності.

Важливого значення набувають технології комплексної переробки доступної вітчизняної рибної сировини, впровадження яких уможливить скоротити відходи, більш раціонально використовувати рибні ресурси, знизити собівартість і підвищувати ефективність виробництва рибної продукції. В акваторіях Одеської та Бердянської заток в уловах найбільш чисельними є бичкові риби, зокрема кругляк (*N. Melanostomus*), сурман (*N. Cephalargoides*) і кнут (*M. Batrachcephalus*) [1]. Значний обсяг видобування та висока харчова цінність обумовлюють необхідність раціонального використання бичка азово-чорноморського, зокрема у виробництві сухих риборослинних напівфабрикатів. Із огляду на невисокий рівень споживання риби у фактичному пересічному раціоні жителів України порівняно із рекомендованими нормами, особливого значення набуває розробка та впровадження продукції високої біологічної цінності з риборослинними напівфабрикатами.

Ураховуючи існуючі вимоги до сухих продуктів комплексної переробки рибної сировини, значна увага при їх розробці відводиться показникам безпечності, що визначається вмістом різних контамінантів. Основними забруднювачами таких продуктів є токсичні елементи, радіонукліди, поліхлоровані біфеніли, хлорорганічні пестициди, N-нітрозаміни та мікроорганізми [2]. Питання оцінки якості й безпечності рибної продукції, концентратів і харчових добавок на її основі становить науковий і практичний інтерес і не втрачає своєї актуальності, про що свідчать дослідження Л. С. Абрамової, С. А. Артюхової, В. Д. Богданова, Т. М. Бойцовой, Т. К. Лебської, Т. М. Сафронової, О. В. Сидоренко та ін. [3–6].

Мета роботи – провести дослідження показників безпечності розроблених сухих риборослинних напівфабрикатів, які нормуються чинними санітарно-гігієнічними вимогами і стандартами.

Матеріали та методи. Об'єкти дослідження – сухі риборослинні напівфабрикати на основі сушених фаршів з обробленої паротермічно рибної сировини родини бичкових (*Gobiidae*)¹ змішаного улову, до 95 % якого становить біологічний вид *N. Melanostomus*, зокрема, бичка азово-чорноморського² патраного без голови (далі – бичка азовського) з використанням композицій рослинної сировини (шрот із насіння льону, висівки пшеничні, вівсяні, житні):

- НРЛ – сухий риборослинний напівфабрикат зі шротом насіння льону;
- НРВ – сухий риборослинний напівфабрикат висівковий з композиційною сумішшю рослинної сировини: висівки пшеничні + висівки вівсяні;

¹ Наукова назва риби згідно з ДСТУ 4415:2005.

² Товарна назва риби згідно з ДСТУ 4415:2005.

- НРЛЖ – сухий риборослинний напівфабрикат з композиційною сумішшю рослинної сировини: висівки житні + шрот насіння льону;

- НРЛВ – сухий риборослинний напівфабрикат з композиційною сумішшю рослинної сировини: висівки пшеничні + висівки вівсяні + шрот насіння льону.

Вміст токсичних елементів (Плюмбуму, Арсену, Кадмію, Меркурію) у сухих риборослинних напівфабрикатах визначено на атомно-абсорбційному спектрофотометрі АА-7000 фірми *Shimadzu* (Японія). Концентрацію Плюмбуму та Кадмію визначено за ГОСТ 30178–96 [7], Арсену – за ГОСТ 26930–86 [8], Меркурію – за МВ 5178–90 [9]. Підготовку проб здійснено за ДСТУ 7670:2014 [10; 11].

Вміст радіонуклідів у сухих риборослинних напівфабрикатах визначено згідно з МВ № 5779–91 (Цезій-137) [12] і МВ № 5778-91 (Стронцій-90) [13]. Вміст N-нітрозамінів у зразках визначено за методами, зазначеними в ДСанПіН 4.4.2.030 [14].

Вміст хлорорганічних пестицидів у зразках досліджено з використанням газового хроматографа "Кристаллюкс 4000М" (РФ) та капілярної колонки *Zebtron ZB-1* (США) стандартними методами [15; 16]. Для цього попередньо проведено відповідну екстракцію хлорорганічних пестицидів із проб продуктів розчинником, очистку екстракту в картриджах і за допомогою хроматографічної колонки, заповненої сорбентом *Florisil*. Наявність пестицидів визначено за часом утримання, кількість – за площею піків.

Досліджено показники мікробіологічної безпеки риборослинних напівфабрикатів: загальна кількість мезофільних аеробних і факультативно анаеробних мікроорганізмів (КМАФАнМ), наявність бактерій групи кишкової палички (БГКП), патогенних мікроорганізмів і пліснявих грибів за стандартними методиками [17–22] безпосередньо після виробництва та через кожні 2 міс. протягом рекомендованого терміну зберігання (12 міс.). Зразки риборослинних напівфабрикатів зберігали упакованими в герметичні паперові пакети.

Аналізи проведено за температури 18 ± 2 °С, відносної вологості повітря 75 % і нормального атмосферного тиску. Повторюваність дослідів – п'ятикратна, аналізів – трикратна. Математико-статистичну обробку отриманих результатів проведено за допомогою ЕОМ у середовищі *MS Excel*. Для оцінки достовірності одержаних результатів визначено достовірність відхилення, величина якого має бути не більше 0.05.

Результати дослідження. Законодавчо встановлено, що харчові продукти повинні відповідати гігієнічним вимогам безпеки і задовольняти фізіологічні потреби людини в основних харчових речовинах і енергії. Водночас визначення показників безпеки сухих, концентрованих або розведених харчових продуктів здійснюється

в перерахунку на вхідний продукт з урахуванням вмісту сухих речовин у сировині та в кінцевому продукті [2].

Сучасний стан екологічного середовища постійно викликає необхідність дослідження у розроблених напівфабрикатах токсичних речовин і радіонуклідів. Результати вмісту токсичних елементів і радіонуклідів у досліджуваних зразках свідчать, що їх кількість менша за максимально допустимі рівні, встановлені чинними нормативними документами [23–26] (табл. 1).

Таблиця 1

**Вміст токсичних елементів і радіонуклідів
у сухих риборослинних напівфабрикатах**

$P \geq 0.95; n = 5$

Найменування показника	Вміст у риборослинних напівфабрикатах				Максимально допустимі рівні, мг/кг, не більше
	НРЛ	НРВ	НРЛЖ	НРЛВ	
<i>Токсичні елементи, мг/кг</i>					
Плюмбум	0.39	0.31	0.36	0.34	3.0
Кадмій	0.08	0.08	0.07	0.09	1.0
Арсен	0.06	0.05	0.06	0.05	5.0
Меркурій	0.04	0.02	0.03	0.03	0.3
<i>Радіонукліди*, Бк/кг</i>					
¹³⁷ Cs	12	11	11	10	300
⁹⁰ Sr	18	20	20	19	70

* значення допустимих рівнів питомих активностей радіонуклідів ¹³⁷Cs і ⁹⁰Sr для сушених рибних продуктів [26].

Усі досліджені сухі риборослинні напівфабрикати містять токсичні елементи на рівні, % від норми: Cd – 1.0; As – 8.0; Hg – 10.0; Pb – 6.7–13.3.

Найбільше занепокоєння викликає вміст радіоактивного стронцію ⁹⁰Sr, який у досліджуваних зразках становить до 29 % максимально допустимого рівня. Це пояснюється вмістом кісткових тканин рибної сировини в сухих напівфабрикатах. Ураховуючи рекомендації щодо споживання сухих риборослинних напівфабрикатів як дієтичних добавок у кількості 10–20 г на день і рівнів їх використання у складі харчової продукції – 5–20 %, концентрація ⁹⁰Sr не перевищуватиме 2 % максимально допустимого рівня, що визначає радіологічну безпеку розроблених риборослинних напівфабрикатів.

Інша важлива група хімічних контамінантів, що впливають на безпечність і якість риборослинних напівфабрикатів – хлорорганічні пестициди (ХОП) і поліхлоровані біфеніли (ПХБ), які є високо-токсичною і небезпечною загрозою для життя і здоров'я людини. Ці сполуки входять до числа стійких органічних забруднювачів (СОЗ)

навколишнього середовища, які контролюються у харчових продуктах [2]. СОЗ володіють хімічною стійкістю, токсичністю, ліпофільністю і здатністю до біоаккумуляції в жирових тканинах людини й тварини. У сучасних умовах найбільш поширеним є забруднення хлорорганічними пестицидами: дихлордифенілтрихлоретаном (ДДТ) і його метаболітами та гексахлорциклогексаном (ГХЦГ).

У природних об'єктах ПХБ завжди супроводжують ХОП, фізико-хімічні властивості яких багато в чому ідентичні. З харчових продуктів найбільш забруднені СОЗ риба і рибна продукція. ХОП накопичуються передусім в органах і тканинах, багатих жирами або ліпоїдами. У риб їх найбільше міститься у внутрішньому жирі, головному мозку, шлунковій і кишковій стінках, гонадах і печінці, менше – в зябрах, м'язах, нирках і селезінці. В Україні в рибі та рибній продукції нормуються залишкові кількості ПХБ і ХОП: сума α -, β -, γ -ізомерів гексахлорциклогексану (ГХЦГ), ДДТ і його метаболіти – сума 4,4'-дихлордифенілтрихлоретану (ДДТ), 4,4'-дихлордифенілтрихлоретану (ДДТ) і 4,4'-дихлордифенілтрихлоретану (ДДТ), 4,4'-дихлордифенілтрихлоретану (ДДТ) і 4,4'-дихлордифенілтрихлоретану (ДДТ), а також 2,4-Д кислота, її солі та ефіри [23]. У рибній продукції контролюють також вміст альдрину, гептахлору та N-нітрозамінів [2].

Із метою мінімізації небезпечних чинників, що пов'язані з надходженням пестицидів, чинним законодавством нормується їх максимально допустимий рівень [25; 27]. Результати визначення вмісту пестицидів і N-нітрозамінів у риборослинних напівфабрикатах наведено у табл. 2.

Ураховуючи, що до складу риборослинних напівфабрикатів входять висівки та шроти, які мають сертифікати безпеки, спеціальних досліджень з безпеки готових напівфабрикатів щодо вмісту мікотоксинів і ртутьорганічних пестицидів не проводили.

Таблиця 2

Вміст пестицидів і N-нітрозамінів у сухих риборослинних напівфабрикатах

 $P \geq 0.95; n = 1$

Найменування показника	Фактичний вміст у риборослинних напівфабрикатах, мг/кг				Допустимі рівні, мг/кг, не більше
	НРЛ	НРВ	НРЛЖ	НРЛВ	
<i>Пестициди</i>					
Гексахлорциклогексан (сума α -, β -, γ -ізомерів)	0.021	0.019	0.020	0.022	0.20
ДДТ і його метаболіти	0.014	0.015	0.016	0.015	0.20
2,4-Д кислота, її солі та ефіри	Не виявлено				0.002
Гептахлор	0.001	Не	0.001	0.001	0.002
Альдрин	0.001	виявлено	0.001	0.001	0.002
<i>N-нітрозаміни</i>					
N-нітрозаміни (Сума НДМА та НДЕА)	0.001	0.001	0.001	0.001	0.003

За результатами проведених досліджень визначено, що вміст пестицидів і N-нітрозамінів у розроблених сухих риборослинних напівфабрикатах менше встановлених вимогами меж, що свідчить про безпеку продуктів, виготовлених за розробленими технологіями.

Суттєвим чинником безпечності сухих риборослинних напівфабрикатів є вміст біологічних контамінантів. Проведений аналіз кількісного та якісного складу мікрофлори зразків дає змогу свідчити про відповідність досліджуваної продукції встановленим санітарним нормам (табл. 3).

Таблиця 3

Мікробіологічні показники безпечності сухих риборослинних напівфабрикатів

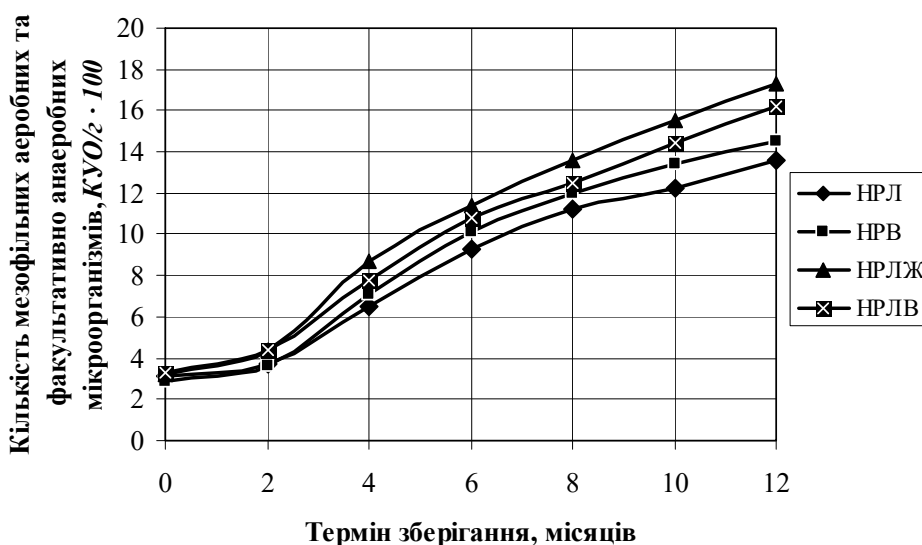
 $P \geq 0.95; n = 5$

Показник	Норма відповідно до [2, 22]	Термін зберігання, міс.	Досліджувані зразки			
			НРЛ	НРВ	НРЛЖ	НРЛВ
Мезофільні аеробні та факультативно анаеробні мікроорганізми (МАФАНМ), КУО/г·100, не більше ніж	$1 \cdot 10^4$	0	$3.1 \cdot 10^2$	$2.9 \cdot 10^2$	$3.2 \cdot 10^2$	$3.3 \cdot 10^2$
		2	$3.7 \cdot 10^2$	$3.6 \cdot 10^2$	$4.4 \cdot 10^2$	$4.4 \cdot 10^2$
		4	$6.5 \cdot 10^2$	$7.1 \cdot 10^2$	$8.7 \cdot 10^2$	$7.8 \cdot 10^2$
		6	$9.3 \cdot 10^2$	$10.1 \cdot 10^2$	$11.4 \cdot 10^2$	$10.8 \cdot 10^2$
		8	$11.2 \cdot 10^2$	$12.0 \cdot 10^2$	$13.6 \cdot 10^2$	$12.5 \cdot 10^2$
		10	$12.2 \cdot 10^2$	$13.4 \cdot 10^2$	$15.5 \cdot 10^2$	$14.4 \cdot 10^2$
		12	$13.6 \cdot 10^2$	$14.5 \cdot 10^2$	$17.3 \cdot 10^2$	$16.2 \cdot 10^2$
Плісняві гриби, КУО/г, не більше ніж	100	0	7	8	10	9
		2	10	9	12	11
		4	13	11	14	14
		6	15	16	18	19
		8	19	19	21	23
		10	23	22	27	26
		12	31	29	36	35
Дріжджі, КУО/г, не більше ніж	50					
Бактерії групи кишкової палички (БГКП) (коліформи), в 1 г	Не допускаються		Не виявлено			
<i>E.coli</i> в 1.0 г						
Патогенні мікроорганізми, зокрема роду <i>Salmonella</i> , в 25 г						
Бактерії <i>S. aureus</i> , в 1.0 г						

Кількість мезофільних аеробних і факультативно анаеробних мікроорганізмів у досліджуваних зразках протягом 12 міс. зберігання

становить $1.4\text{--}1.7 \cdot 10^3$, а пліснявих грибів – 29–36 КУО/г, що не перевищує норми, встановлені чинними документами [22; 24; 25], відсутні бактерії групи кишкових паличок, золотистий стафілокок, дріжджі, патогенні мікроорганізми, зокрема роду *Salmonella*, що визначає їх санітарну безпечність.

Виходячи з одержаних даних, встановлено, що під час зберігання досліджуваних продуктів кількість МАФАНМ поступово зростала, однак динаміка їх розвитку має схожий характер (рисунк).



Динаміка кількості МАФАНМ у сухих риборослинних напівфабрикатах при зберіганні, КУО/г

Отже, показник бактеріальної забрудненості до кінця терміну зберігання становив 1360–1730 КУО/г у досліджуваних зразках, що в 4.4–5.4 раза вище їх початкової кількості. Зміни мікробіологічних показників безпечності при зберіганні обумовлені незначним зростанням масової частки вологи в сухих риборослинних напівфабрикатах і наявністю сприятливого для розвитку бактерій поживного середовища (цукри, вітаміни, катіони K^+ , Mn^{2+} , Mg^{2+} тощо).

Накопичення пліснявих грибів у сухих риборослинних напівфабрикатах відбувалося швидше, ніж бактерій, проте не перевищувало 29–36 % норми на кінець зберігання залежно від продукту.

Висновки. Експериментально доведено мікробіологічну безпеку та прийнятні токсикологічні й радіологічні показники сухих риборослинних напівфабрикатів, що свідчить про можливість їх безпечного споживання людиною протягом установленого терміну придатності.

Результати досліджень використано при розробці нормативної документації на сухі риборослинні напівфабрикати – ТУ У 10.2-40220843-003:2016 "Риба, вироби з м'яса риби, риби та ікри

формовані, ікра, молоки, шкіра риб, морепродукти в'ялені, в'ялено-підкопчені, сушені, напівфабрикати риборослинні сухі". Ці продукти можуть бути використані у виробництві широкого асортименту кулінарної продукції, снекових, хлібобулочних і борошняних кондитерських виробів, харчових концентратів підвищеної харчової цінності.

Перспективою подальших досліджень є визначення споживних властивостей розроблених продуктів, зокрема щодо засвоєння білків, Кальцію, Фосфору тощо.

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. *Заморов В. В., Черникова С. Ю., Караванский Ю. В., Леончик Е. Ю.* Динамика сетных уловов бычковых рыб (*Gobiidae*) в прибрежной зоне Одесского залива. *Наук. вісн. Терноп. нац. пед. ун-ту. Сер. "Біологія"*. 2015. № 3–4 (64). С. 238–241.
2. ДСанПіН 4.2-180–2012. Державні санітарні правила і норми "Медичні вимоги до якості та безпечності харчових продуктів та продовольчої сировини" (Нормативний документ Міністерства охорони здоров'я України, Наказ від 09.01. 2013 р. № 88/22620 зі змінами. Наказ МОЗ від 18.08.2014 № 576). URL : <http://zakon3.rada.gov.ua/laws/show/z0088-13>.
3. *Сафронова Т. М., Богданов В. Д., Бойцова Т. М., Дацун В. М., Ким Г. Н., Ким Э. Н., Слуцкая Т. Н.* Технология комплексной переработки гидробионтов. Владивосток : Дальрыбвтуз, 2002. 512 с.
4. *Абрамова Л. С.* Поликомпонентные продукты питания на основе рыбного сырья. М. : ВНИРО, 2005. 175 с.
5. *Сидоренко О. В.* Формування асортименту та якості риборослинних продуктів : монографія. Київ : Київ. нац. торг.-екон. ун-т, 2006. 322 с.
6. *Мазаракі А. А., Лебська Т. К., Сидоренко О. В., Ніколаєнко С. М., Притульська Н. В.* Інноваційні технології переробки риби. Київ : Київ. нац. торг.-екон. ун-т, 2014. 432 с.
7. ГОСТ 30178–96. Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения токсичных элементов. Минск : Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации, 1997. 13 с.
8. ГОСТ 26930–86. Сырье и продукты пищевые. Метод определения мышьяка. М. : Госкомстандарт, 1987. 8 с.
9. МУ 5178–90. Методические указания по обнаружению и определению содержания общей ртути в пищевых продуктах методом беспламенной атомной абсорбции. М. : Минздрав СССР, 1990. 26 с.
10. ДСТУ 7670:2014. Сировина і продукти харчові. Готування проб. Мінералізація для визначання вмісту токсичних елементів. Київ : Держстандарт України, 2014. 16 с.
11. Регулювання Комісії (ЄС) від 28 берез. 2007 р. № 333/2007, що затверджує методи відбору зразків і методи аналізу для офіційного контролю рівнів свинцю, кадмію, ртуті, неорганічного олова, 3-МСПД та бензапірену в харчових продуктах.
12. МУ № 5779–91 Цезій-137. Определение в пищевых продуктах. Приказ Минздрава СССР № 5779–91. URL : <http://docs.cntd.ru/document/1200035930>.

13. МУ № 5778–91 Стронций-90. Определение в пищевых продуктах. Приказ Минздрава СССР № 5779–91. URL : <http://docs.cntd.ru/document/1200035930>.
14. ДСанПіН 4.4.2.030–99. Державні санітарні правила і норми захисту продовольчої сировини та продуктів харчування від забруднення нітрозамінами. Додаток № 3 (обов'язковий) методичні вказівки по газохроматографічному визначенню нітрозодиметиламіну та нітрозодіетиламіну в продовольчій сировині та продуктах харчування. (Постанова Головного держ. сан. лікаря України від 01.07.1999 р. № 30). URL : <http://www.dnaop.com/html/40937/doc>.
15. *Методы* определения микроколичеств пестицидов в продуктах питания, кормах и внешней среде: Справочное изд. ; под ред. М. А. Клисенко. М. : Колос, 1983. 304 с.
16. ДСТУ 4514:2006. Риба, інші водні живі ресурси та харчова продукція з них. Визначання хлорорганічних пестицидів та поліхлорованих біфенілів методом газорідинної хроматографії. Загальні положення. Київ : Держстандарт України, 2006. 9 с.
17. ГОСТ 10444.15–94. Продукты пищевые. Методы определения количества мезофильных аэробных и факультативно-анаэробных микроорганизмов. Минск : Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации, 1996. 9 с.
18. ГОСТ 10444.2–88. Продукты пищевые. Метод определения дрожжей и плесневых грибов. Львов : НІЦ "Леонорм", 2000. 10 с.
19. ГОСТ 30518–97. Продукты пищевые. Методы выявления и определения количества бактерий группы кишечных палочек (колиформных бактерий). Киев : Госстандарт Украины, 2000. 8 с.
20. ГОСТ 30519–97. Продукты пищевые. Метод выявления бактерий рода *Salmonella*. Киев : Госстандарт Украины, 2000. 9 с.
21. ГОСТ 10444.2–94. Продукты пищевые. Методы выявления и определения количества *Staphylococcus aureus*. Киев : Госстандарт Украины, 1997. 6 с.
22. МВ 15.2-5.3-004:2007. Визначення мікробіологічних показників під час проведення санітарно-мікробіологічного контролю виробництва продукції з риби та інших водних живих ресурсів на підприємствах та суднах. Київ : Держстандарт України, 2007. 18 с.
23. Про затвердження Державних гігієнічних правил і норм "Регламент максимальних рівнів окремих забруднюючих речовин у харчових продуктах" № 368 від 13.05.2013. URL : <http://zakon3.rada.gov.ua/laws/show/z0774-13/page>.
24. МБТ № 5061–89. Медико-биологические требования и санитарные нормы качества продовольственного сырья и пищевых продуктов (с дополнением от 19 нояб. 1991 г. № 122-12/805). М. : Госстандарт СССР, 1989. 221 с.
25. Тимчасові гігієнічні нормативи вмісту контамінантів хімічної і біологічної природи у біологічно активних добавках : ТГН 4.4.8.073-2001. Офіц. вид. Київ : Медінформ, 2002. 14 с.
26. ДГН 6.6.1.1-130–2006. Допустимі рівні вмісту радіонуклідів ¹³⁷Cs і ⁹⁰Sr у продуктах харчування та питній воді. Державні гігієнічні нормативи (Нормативний документ Міністерства охорони здоров'я України, Наказ

від 03.05.2006 № 256; Зареєстр. Мін. юст. України 17.07.2006 р. № 845/12719).
URL : <http://zakon2.rada.gov.ua/laws/show/z0845-06>.

27. ДСанПіН 8.8.1.2.3.4-000:2001. Допустимі дози, концентрації, кількості та рівні вмісту пестицидів у сільськогосподарській сировині, харчових продуктах, повітрі робочої зони, атмосферному повітрі, воді водоймищ, ґрунті (Постанова Головного держ. сан. лікаря України 20.09.2001 № 137).
URL : <http://www.milkiland.nl/upload/pdf/laws/ua/8.8.1.2.3.4-000-2001.pdf>.

Стаття надійшла до редакції 20.09.2017.

Fedorova D. Safety of dried fish and plant semi-products.

Background. The task of rational use of domestic raw small fish is the development of technologies of its complex processing onto food products such as dry fish and plant semi-products that can be used in culinary products. Considering the requirements for complex processing of dry raw fish products, much attention is given to the safety indicators development, which are defined by the content of different contaminants.

The aim of the study is a research of the indicators of safety of dry fish and plant semi-products, which are regulated by the current sanitary-hygienic requirements and standards.

Material and methods. The research objects are dry fish and plant semi-products based on dried minced meat from steam-treated fish raw material of the Gobiidae fish mixed with plant composition containing flax seed, wheat, oat and rye bran.

The content of toxic elements (Lead, Arsen, Cadmium, Mercury) in dry fish and plant semi-products was determined by the atomic absorption spectrophotometer AA-7000 of the Shimadzu company (Japan). The concentration of Lead and Cadmium was determined according to GOST 30178–96, Arsen according to GOST 26930-86, Mercury by MB 5178–90. Preparation of tests is carried out according to DSTU 7670: 2014. The content of radionuclides in dry fish and plant semi-products is determined in accordance with the Guidelines No. 5779–91 (Cesium-137) and Guidelines No. 5778–91 (Strontium-90). The content of N-nitrosamines in experimental samples was determined according to the methods specified in State sanitary rules and regulations 4.4.2.030. The content of chlorine-organic pesticides in experimental samples was investigated using standard gas chromatograph "Crystallux 4000M" (RF) and capillary column Zebron ZB-1 (USA), for which the appropriate extraction of chlorine-organic pesticides from experimental samples had been performed with a solvent, cleaning of the extract in cartridges and using a chromatographic column filled with sorbent Florisil. The presence of pesticides was determined by the time of retention and the number by area of the peaks.

The following indices of microbiological safety of fish and plant semi-products were determined: the total number of mesophilic aerobic and optional anaerobic microorganisms, the presence of bacteria in the E. coli, pathogenic microorganisms and mold fungi by standard techniques immediately after production and every 2 months during the recommended shelf life (12 months). Samples of fish and plant semi-products were packed in hermetic paper bags.

Results. All investigated dry fish and plant semi-products contain toxic elements, % of the maximum permissible levels: Cd – 1.0; As – 8.0; Hg – 10.0; Pb – 6.7–13.3.

According to research results of radionuclides, pesticides, N-nitrosamines, it has been established that the products meet the requirements of current legislation. The number of mesophilic aerobic and optional anaerobic microorganisms in the experimental samples under study for 12 months storage is $1.4\text{--}1.7 \cdot 10^3$, and mold fungi – 29–36 colony-forming units (CFU)/g, which does not exceed the norms established by the current documents, there are no bacteria in the *E. coli*, *Staphylococcus aureus*, Yeast, pathogenic microorganisms, including the genus *Salmonella*, which determines their sanitary safety.

Conclusion. Microbiological safety and acceptable toxicological and radiological indices of dry fish and plant semi-products have been experimentally proved, indicating that they can be safely consumed by humans within the established shelf-life (12 months). The research results were used in the development of normative documentation on dry fish and plant semi-products – TU U 10.2-40220843-003: 2016 "Fish, products made from meat of fish, fish and caviar mold, caviar, milk, fish skin, seafood dried, dried and smoked, dried fish and plant semi-products".

Keywords: safety, dry fish and plant semi-products, toxic elements, radionuclides, pesticides, N-nitrosamines, microbiological parameters.

REFERENCES

1. Zamorov V. V., Chernikova S. Ju., Karavanskij Ju. V., Leonchik E. Ju. Dinamika setnyh ulovov bychkovyh ryb (Gobiidae) v pribrezhnoj zone Odesskogo zaliva. Nauk. visn. Ternop. nac. ped. un-tu. Ser. "Biologija". 2015. № 3–4 (64). S. 238–241.
2. DSanPiN 4.2-180–2012. Derzhavni sanitarni pravyla i normy "Medychni vymogy do jakosti ta bezpechnosti harchovyh produktiv ta prodovol'choi' syrovyny" (Normatyvnyj dokument Ministerstva ohorony zdorov'ja Ukrai'ny, Nakaz vid 09.01. 2013 r. № 88/22620 zi zminamy. Nakaz MOZ vid 18.08.2014 № 576). URL : <http://zakon3.rada.gov.ua/laws/show/z0088-13>.
3. Safronova T. M., Bogdanov V D., Bojcovva T. M., Dacun V. M., Kim G. N., Kim Je. N., Sluckaja T. N. Tehnologija kompleksnoj pererabotki gidro-biontov. Vladivostok : Dal'rybvuz, 2002. 512 s.
4. Abramova L. S. Polikomponentnye produkty pitaniya na osnove rybnogo syr'ja. M. : VNIRO, 2005. 175 s.
5. Sydorenko O. V. Formuvannja asortymentu ta jakosti ryboroslynyh produktiv : monografija. Kyi'v : Kyi'v. nac. torg.-ekon. un-t, 2006. 322 s.
6. Mazaraki A. A., Lebs'ka T. K., Sydorenko O. V., Nikolajenko S. M., Prytul's'ka N. V. Innovacijni tehnologii' pererobky ryby. Kyi'v : Kyi'v. nac. torg.-ekon. un-t, 2014. 432 s.
7. GOST 30178–96. Syr'e i produkty pishhevye. Atomno-absorbcionnyj metod opredelenija toksichnyh jelementov. Minsk : Mezghosudarstvennyj sovet po standartizacii, metrologii i sertifikacii, 1997. 13 s.
8. GOST 26930–86. Syr'e i produkty pishhevye. Metod opredelenija mysh'jaka. M. : Goskomstandart, 1987. 8 s.
9. MU 5178–90. Metodicheskie ukazaniya po obnaruzheniju i opredeleniju sodержaniya obshhej rtuti v pishhevyyh produktah metodom besplamennoj atomnoj absorbcii. M. : Minzdrav SSSR, 1990. 26 s.
10. DSTU 7670:2014. Syrovyna i produkty harchovi. Gotuvannja prob. Mineralizacija dlja vyznachannja vmistu toksychnykh elementiv. Kyi'v : Derzhstandart Ukrai'ny, 2014. 16 s.

11. Reguljuvannja Komisii' (EC) vid 28 berez. 2007 r. № 333/2007, shho zatverdzhuje metody vidboru zrazkiv i metody analizu dlja oficijnogo kontrolju rivniv svyncju, kadmiju, rtuti, neorganichnogo olova, 3-MCPD ta benzapirenu v harchovyh produktah.
12. MU № 5779–91 Cezij-137. Opredelenie v pishhevyh produktah. Prikaz Minzdrava SSSR № 5779–91. URL : <http://docs.cntd.ru/document/1200035930>.
13. MU № 5778–91 Stroncij-90. Opredelenie v pishhevyh produktah. Prikaz Minzdrava SSSR № 5779–91. URL : <http://docs.cntd.ru/document/1200035930>.
14. DSaNPiN 4.4.2.030–99. Derzhavni sanitarni pravyla i normy zahystu prodovol'choi' syrovyny ta produktiv harchuvannja vid zabrudnennja nitro-zaminamy. Dodatok № 3 (obov'jazkovyj) metodychni vказivky po gazohro-matografichnomu vyznachennju nitrozodimetylaminu ta nitrozodietyl-aminu v prodovol'chij syrovyni ta produktah harchuvannja. (Postanova Golovnogo derzh. san. likarja Ukrai'ny vid 01.07.1999 r. № 30). URL : <http://www.dnaop.com/html/40937/doc>.
15. Metody opredelenija mikrokolichestv pesticidov v produktah pitannya, kormah i vneshnej srede: Spravochnoe izd. ; pod red. M. A. Klisenko. M. : Kolos, 1983. 304 s.
16. DSTU 4514:2006. Ryba, inshi vodni zhyvi resursy ta harchova produkcija z nyh. Vyznachannja hlororganichnyh pestycydiv ta polihlorovanyh bifeniliv metodom gazoridynnoi' hromatografii'. Zagal'ni polozhennja. Kyi'v : Derzhstandart Ukrai'ny, 2006. 9 s.
17. GOST 10444.15–94. Produkty pishhevye. Metody opredelenija koli- chestva mezo- fil'nyh ajerobnyh i fakul'tativno-anajerobnyh mikroorga- nizmov. Minsk : Mezhgosudarstvennyj sovet po standartizacii, metrologii i sertifikacii, 1996. 9 s.
18. GOST 10444.2–88. Produkty pishhevye. Metod opredelenija drozhzhej i plesnevych gribov. L'vov : NIC "Leonorm", 2000. 10 s.
19. GOST 30518–97. Produkty pishhevye. Metody vyjavlenija i opredelenija kolichestva bakterij grupy kishechnyh paloček (koliformnyh bakterij). Kiev : Gosstandart Ukrainy, 2000. 8 s.
20. GOST 30519–97. Produkty pishhevye. Metod vyjavlenija bakterij roda Salmonella. Kiev : Gosstandart Ukrainy, 2000. 9 s.
21. GOST 10444.2–94. Produkty pishhevye. Metody vyjavlenija i opredelenija kolichestva Staphylococcus aureus. Kiev : Gosstandart Ukrainy, 1997. 6 s.
22. MV 15.2-5.3-004:2007. Vyznachennja mikrobiologichnyh pokaznykiv pid chas provedennja sanitarno-mikrobiologichnogo kontrolju vyrobnyctva produkcii' z ryby ta inshyh vodnyh zhyvyh resursiv na pidpryjemstvah ta sudnah. Kyi'v : Derzhstandart Ukrai'ny, 2007. 18 s.
23. Pro zatverdzhennja Derzhavnyh gigijenichnyh pravyl i norm "Reglament maksimal'nyh rivniv okremykh zabrudnjuchykh rečovyn u harchovyh produktah" № 368 vid 13.05.2013. URL : <http://zakon3.rada.gov.ua/laws/show/z0774-13/page>.
24. MBT № 5061–89. Mediko-biologicheskie trebovanija i sanitarnye nor-my kachestva prodovol'stvennogo syr'ja i pishhevyh produktov (s do-polnieniem ot 19 nojab. 1991 g. № 122-12/805). M. : Gosstandart SSSR, 1989. 221 s.
25. Tymchasovi gigijenichni normatyvy vmistu kontaminantiv himichnoi' i biolo-gichnoi' pryrody u biologichno aktyvnyh dobavkah : TGN 4.4.8.073-2001. Ofic. vyd. Kyi'v : Medinform, 2002. 14 s.
26. DGN 6.6.1.1-130–2006. Dopustymi rivni vmistu radionuklidiv 137Cs i 90Sr u produktah harchuvannja ta pytnij vodi. Derzhavni gigijenichni normatyvy (Normatyvnyj dokument Ministerstva ohorony zdorov'ja Ukrai'ny, Nakaz vid 03.05.2006 № 256; Zarejestr. Min. just. Ukrai'ny 17.07.2006 r. № 845/12719). URL : <http://zakon2.rada.gov.ua/laws/show/z0845-06>.
27. DSaNPiN 8.8.1.2.3.4-000:2001. Dopustymi dozy, koncentracii', kil'kosti ta rivni vmistu pestycydiv u sil'skogospodars'kij syrovyni, harchovyh produktah, povitri robochoi' zony, atmosfernomu povitri, vodi vodojmyshh, g'runti (Postanova Golovnogo derzh. san. likarja Ukrai'ny 20.09.2001 № 137). URL : <http://www.milkiland.nl/upload/pdf/laws/ua/8.8.1.2.3.4-000-2001.pdf>.

МЕТОДОЛОГІЧНІ АСПЕКТИ ОЦІНЮВАННЯ ЯКОСТІ ТОВАРІВ

UDC 637.12.07: 661.717.52

**Yaroslava ZHUKOVA,
Pylyp PETROV,
Lina KLIMENKO**

EXPRESS METHOD OF QUANTITATIVE DETERMINATION OF UREA IN MILK

The proposed methodical approach in the variant of using the method of additives (MA) expects quantitative determination of urea in milk samples by spectrophotometric method without the need to build a calibration curve and long calculations. This allows significantly speed up the analysis process, reduce material and time costs and at the same time to obtain correct and accurate results, which is confirmed by the validation. The procedure is effective in the range of 0.14–0.7 mg/mL, the detection limit is 0.05 mg/mL. The uncertainty forecast was 7.33 %, which does not exceed the maximum allowable uncertainty of the technique (10 %).

Keywords: method of additives, milk, urea, spectrophotometry.

Жукова Я., Петров Ф., Клименко Л. Экспресс-метод количественного определения мочевины в молоке. Предложенный методический подход в варианте использования метода добавок (МД) предполагает количественное определение мочевины в образцах молока спектрофотометрическим методом без необходимости построения калибровочной кривой и длительных расчетов. Это позволяет значительно ускорить процесс анализа, сократить материальные и временные затраты, и при этом получить правильные и точные результаты, что подтверждается проведенной валидацией. Методика эффективна в диапазоне 0.14–0.7 мг/мл, предел обнаружения составляет 0.05 мг/мл. Прогноз неопределенности составил 7.33 %, что не превышает максимально допустимую неопределенность методики (10 %).

Ключевые слова: метод добавок, молоко, мочевина, спектрофотометрия.

Background. Urea is the final metabolite of nitrogen-containing compounds of ruminants, which is formed in liver from ammonia as a result of deamination reaction of amino acids. Typically, the urea content in milk varies in the range of 0.15–0.70 mg/mL [1].

Cattle diet and feeding mode are the most significant factors influencing the milk urea content (MUC). Consumption of feed affects the daily variation of rumen ammonia, urea nitrogen plasma and milk urea nitrogen concentrations. A separate feeding of forage and concentrated feed, as opposed to the use of total mixed ration on farms leads to divide intake of protein and carbohydrate feed to rumen. This causes rapid degradation of proteins in rumen and consequently increases concentration of rumen ammonia and urea nitrogen plasma, as evidenced by relevant experiments [2; 3].

High level of urea concentration in milk effects on its technological properties: it can decrease the acidity level, increases the rennet coagulation duration, inhibits the activity of starter cultures during fermentation. The introduction of excessive amount of nitrogen-containing fertilizers in pasture, the addition of carbamide in the ration of cows under the conditions of minimum hay content, as well as increasing the carbamide content more than 30 % of feed protein digested by the normal content of hay in the diet, can lead to a decrease in the content of alpha-casein, which worsens the cheese suitability of milk. The property of urea to increase the thermostability of milk causes cases of falsification of milk by this compound in summer.

Thus, determination of MUC values is important for different fields: veterinary, cattle feeding, dairy processing, food quality control etc.

Today there is a wide range of methods for determining urea, which are divided into direct and indirect. Direct methods include direct determination of urea (without its preliminary cleavage) by means of physico-chemical methods of analysis (for example, absorption spectrophotometry in the UV, IR and visible spectral regions, voltammetry or high performance liquid chromatography). Studies are carried out both before and after preliminary derivatization of urea by performing special chemical reactions that occur with formation of compounds that absorb light with a given wavelength [4–6]. Indirect methods (or enzymatic) involve enzymatic cleavage of urea before measurements.

However, for the listed direct methods, complex and expensive equipment is required [4], they are limited to the quantification limit of urea [5] or the need for additional studies and trials [6], and in the case of enzymatic methods the use of enzymes and reagents with short-term use is required.

The *purpose* of our work is to develop and conduct a phased validation of the method of quantitative determination of urea content in milk by method of absorption spectrophotometry in the visible spectrum region in variant of additive method use (MA), that will accelerate the analysis process, reduce material and time costs and at the same time get correct and accurate results.

Material and methods. Reagents and chemicals. Hydrochloric acid ($\geq 37\%$, puriss. p.a., ACS reagent, fuming), *p*-dimethylaminobenzal-

dehyde (*p*-DMAB), urea were purchased from Sigma-Aldrich Co. LLC (USA). Potassium dihydrogen phosphate anhydrous (KH_2PO_4) and potassium hydrogen phosphate anhydrous (K_2HPO_4) were purchased from Prayon S.A. (Belgium). Trichloroacetic acid (TCA) was purchased from PanReac AppliChem (Germany). All other reagents were of analytical grade.

p-DMAB reagent: 1.6 g of *p*-DMAB was dissolved in 10 mL of concentrated hydrochloric acid and the solution was diluted to 100.0 mL with ethanol.

Phosphate buffer solution (pH 7): a) 3.403 g of KH_2PO_4 was dissolved in distilled water and the solution was diluted to 100.0 mL with the same solvent; b) 4.355 g of K_2HPO_4 was dissolved in distilled water and the solution was diluted to 100.0 mL with the same solvent; the solutions *a*) and *b*) were mixed and diluted to 1 L with distilled water.

TCA solution: 24.0 g of trichloroacetic acid was dissolved in distilled water and the solution was diluted to 100.0 mL with the same solvent.

Equipment. All spectrophotometric measurements were carried out using a single beam VIS-spectrophotometer UNICO S2100 (UNICO, USA) with wavelength scanned from 1000 to 325 nm. The spectral band width was 5 nm. The pair of quartz square cells S90-309Q (UNICO, USA) with 10 mm pathlength and wavelength range from 200 to 1200 nm was used throughout the whole experiment.

Weighing was carried out using digital analytical balance AN100 (AXIS, Ukraine) with $d = 0.0001$ g.

Glassware satisfied ISO 648:2008 "Laboratory glassware – Single-volume pipettes", ISO 1042:1998 "Laboratory glassware – One-mark volumetric flasks", ISO 4788:2005 "Laboratory glassware – Graduated measuring cylinders", ISO 385:2005 "Laboratory glassware – Burettes" and calibrated according to ISO 4787:2010 "Laboratory glassware – Volumetric instruments – Methods for testing of capacity and for use" and "Guidelines for calibration in analytical chemistry" [7] was used throughout this study.

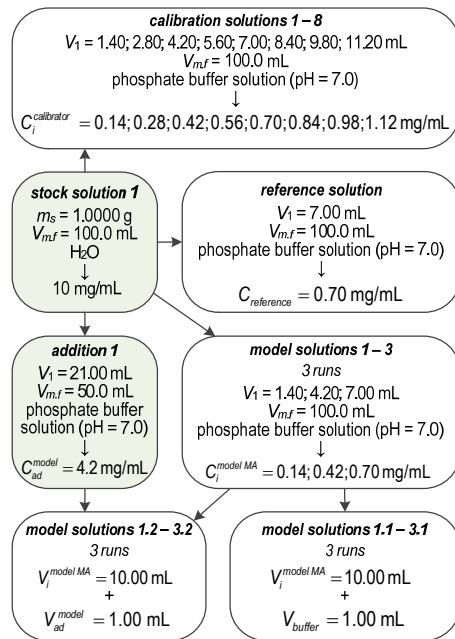
Solutions and samples (*Schemes 1* and *2*). The stock solutions 1 and 2 (10 mg/mL) were prepared by dissolving $m_s = 1.0000$ g of urea in the measuring flask ($V_{m.f} = 100.0$ mL) in distilled water and the solutions were diluted to 100.0 mL with the same solvent.

The reference solution ($C_{reference} = 0.70$ mg/mL) was prepared by diluting 7.00 mL of stock solution 1 to 100.0 mL with phosphate buffer solution (pH 7).

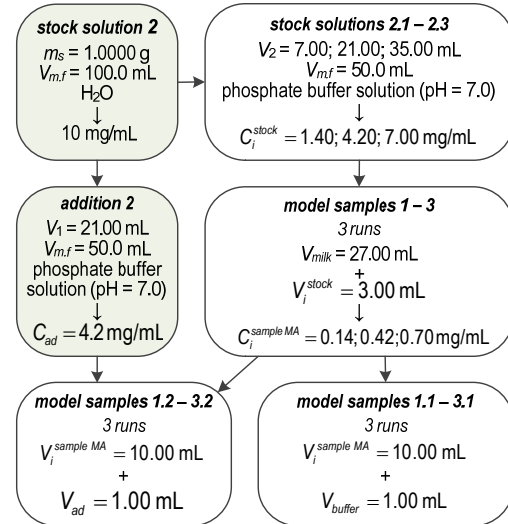
To prepare the calibration solutions 1–8 (having concentrations $C_i^{calibrator}$ of 0.14; 0.28; 0.42; 0.56; 0.70; 0.84; 0.98 and 1.12 mg/mL respectively) the stock solution 1 was diluted with phosphate buffer solution (pH 7) to 100.0 mL.

The addition 1 ($C_{ad}^{model} = 4.2 \text{ mg/mL}$) and 2 ($C_{ad} = 4.2 \text{ mg/mL}$) were prepared by diluting 21.00 mL of the stock solution 1 and 2 respectively to 50.0 mL with phosphate buffer solution (pH 7).

To prepare the model solutions 1–3 (having concentrations $C_i^{model MA}$ of 0.14; 0.42; 0.70 mg/mL respectively) the stock solution 1 was diluted with phosphate buffer solution (pH 7) to 100.0 mL.



Scheme 1. The preparation procedure for reference and model solutions of urea



*MA – the parameter is attributed to the method of additions

Scheme 2. The preparation procedure for model milk samples with urea

To prepare the model solutions 1.1–3.1, 10.00 ml of the respective model solutions 1–3 were mixed with 1.00 mL of phosphate buffer solution (pH 7).

To prepare the model solutions 1.2–3.2, 10.00 ml of the respective model solutions 1–3 were mixed with 1.00 mL of the addition 1.

To prepare the stock solutions 2.1–2.3 (having concentrations C_i^{stock} of 1.40; 4.20; 7.00 mg/mL respectively) the stock solution 2 was diluted with phosphate buffer solution (pH 7) to 50.0 mL.

Three batches (in 3 samples each) of respective matrix (milk) obtained from three different sources were used to prepare the model samples.

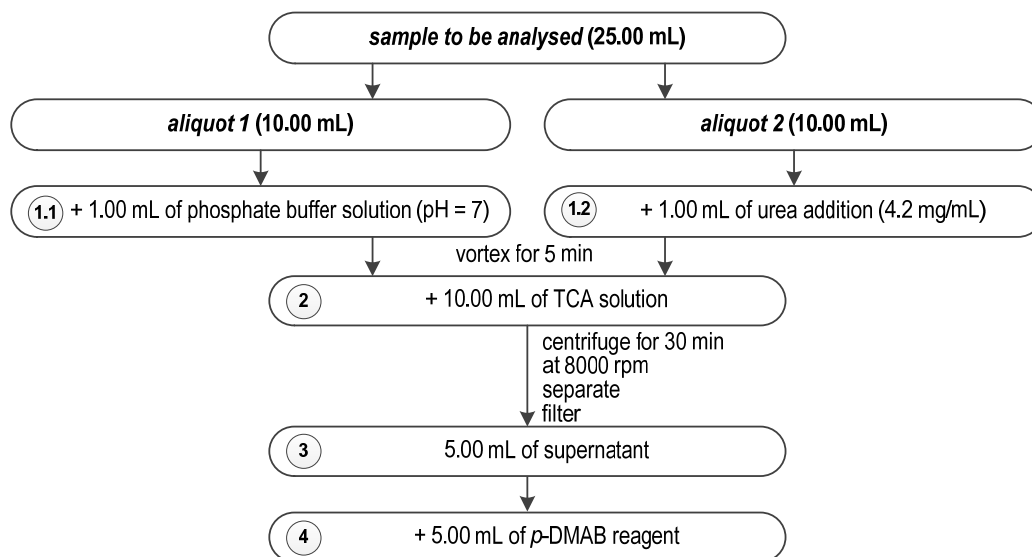
The model samples 1–3 (having concentrations $C_i^{sample MA}$ of 0.14; 0.42; 0.70 mg/mL respectively) were prepared by mixing 27.00 mL of milk and 3.0 mL of the stock solutions 2.1–2.3 respectively.

To prepare the model samples 1.1–3.1 in 10.00 ml of the respective model samples 1–3 were mixed with 1.00 mL of phosphate buffer solution (pH 7).

To prepare the model samples 1.2–3.2 in 10.00 ml of the respective model samples 1–3 were mixed with 1.00 mL of the addition 2.

Blank-samples were prepared by mixing 3 samples (27.00 mL) of respective matrix (milk) obtained from three different sources with 3.00 mL of phosphate buffer solution (pH 7).

Analytical sample preparation (Scheme 3).



Scheme 3. The main stages of analytical sample preparation for urea quantification

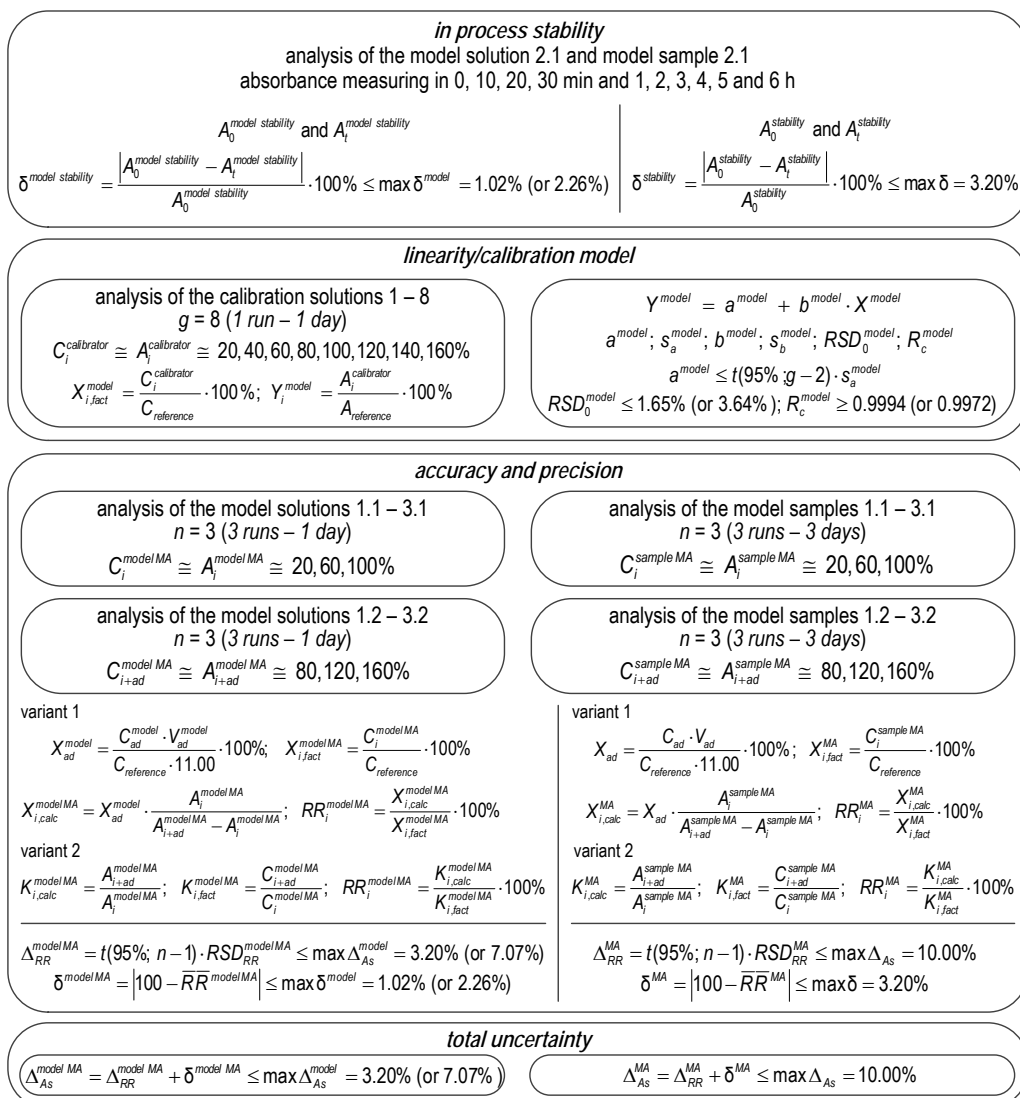
Analysis is carried out in two stages: 2 aliquots of milk (in 10.00 mL each) are taken from the sample to be analysed. 1.00 mL of phosphate buffer solution (pH 7) is added to the first aliquot and 1.00 mL of urea addition (4.2 mg/mL) is added to the second aliquot (stages 1.1 and 1.2). The following stages are the same for both aliquots. The mixture is vortexed for 5 min and processed with 10.00 mL of TCA solution (stage 2), then centrifuged for 30 min at 8000 rpm. The supernatant is separated and filtered. 5.00 mL of *p*-DMBA reagent are added to 5.00 mL of the obtained supernatant (stages 3 and 4) and the solution to be analysed is ready.

The absorbance of the solutions to be analysed is measured 3 times ($\lambda_{\max} = 420$ nm) with randomization of cell position. The mixture of the phosphate buffer solution (pH 7), TCA solution and *p*-DMBA reagent (11:10:20) is used as a compensation solution.

Method validation (Scheme 4). Validation of the developed procedure has been carried out in variants of method of additives (Klimenko, 2015).

For *in process stability* verification the model solution 2.1 and model milk sample 2.1 with urea concentration of 0.42 mg/mL were processed according to the procedure. The absorbance measurements for the final solutions were carried out immediately ($A_0^{\text{model stability}}$ and $A_0^{\text{stability}}$ respectively)

and for the subsequent 6 hours (in 10, 20, 30 min, 1, 2, 3, 4, 5 and 6 h) after its preparation ($A_i^{\text{model stability}}$ and $A_i^{\text{stability}}$ respectively), and the systematic errors $\delta^{\text{model stability}}$ and $\delta^{\text{stability}}$ respectively were calculated and assessed.



*MA – the parameter is attributed to the method of additions

*model – the parameter is determined using model solutions

Scheme 4. The validation stages of spectrophotometric procedure for urea determination

To determine *linearity/calibration model* the calibration solutions 1–8 were analysed within 1 run. The values of concentrations and analytical responses $A_i^{\text{calibrator}}$ were normalized and processed by the method of least squares [8]; correlation coefficient R_c^{model} , rest standard deviation RSD_0^{model} , slope b^{model} and its standard deviation s_b^{model} , and also absolute term a^{model} and its standard deviation s_a^{model} were calculated [9; 10] and assessed.

To estimate *precision (repeatability) and accuracy*:

- the model solutions 1.1–3.1 and 1.2–3.2 were analysed within 3 runs; the model solutions 1.1–3.1 concentrations were recalculated and the values "found/given" $RR_i^{mode MA}$ were used to determine the confidence interval $\Delta_{RR}^{mode MA}$ and the systematic error $\delta^{mode MA}$ respectively;
- the model samples 1.1–3.1 and 1.2–3.2 were analysed within 3 runs; the model samples 1.1–3.1 concentrations were calculated and the values "found/given" RR_i^{MA} were used to determine the confidence interval Δ_{RR}^{MA} and the systematic error δ^{MA} respectively.

The values of confidence intervals and systematic errors were compared with the respective acceptability criteria.

Results and discussion.

Analysis and validation scheme justification. Our research is based on the method for the determination of urea in milk by method of absorption spectrophotometry in the visible region of spectrum, which requires the photometric reaction of Schiff base formation during the interaction of urea with *p*-DMAB [1].

This technique involves working in variant of calibration graph method, constructed from the response data of series of urea aqueous solutions. In such a situation, the matrix influence on the analysis results can be significant (both in large and lower side), and the study results may be irregular [11–13]. Besides that, this technique implementation requires the construction of calibration graph for each analytical sequence, which substantially loads the laboratory work. The use of such an analytical technique as the method of additives allows to solve this problem to some extent.

The use of method of additives supposes the following: two samples of the same volume are taken from the sample received for the analysis; one of them is injected with a certain amount of a solution-addition of the target analyte (in our case, urea); then both samples are subjected to the analysis procedure in accordance with the technique and the values of the responses are got (analytical signals), A_i and A_{i+ad} respectively.

The classical variant of using the method of additives consists in calculating the analyte concentration in the analyzed sample C_i from the relation:

$$\frac{A_i}{A_{i+ad}} = \frac{C_i}{C_i + C_{ad}} \Rightarrow C_i = C_{ad} \cdot \frac{A_i}{A_{i+ad} - A_i}, \quad (1)$$

where A_i – analytical signal for a sample without an additive;

A_{i+ad} – analytical signal for a sample with an additive;

C_i – analyte concentration in sample without additive;

C_{ad} – increase in analyte concentration in sample due to addition of an additive.

A simplified version of the use is also possible – rationing of A_i and A_{i+ad} responses ratio, i. e. coefficient K^{MA} calculation. The second option is applied in quality control sphere – when the true value of analyte content in sample is not important, but only the fact of exceeding or not exceeding the specified critical parameter [9].

To study the possibility of applying both variants of this analytical approach to monitoring the quality of milk according to urea content, the described complex studies were done.

The development of the technique was carried out by its step-by-step validation by such validation parameters as range, in process stability, linearity/calibration model, accuracy and precision, limit of detection and limit of quantification, specificity/selectivity, and also total uncertainty.

The validation provides application of the normalized coordinates:

$$X_i = \frac{C_i}{C_{st}} \cdot 100\%; \quad Y_i = \frac{A_i}{A_{st}} \cdot 100\%. \quad (2)$$

i. e. transition from the equation $A_i = b_1 \cdot C_i + a_1$ to the equation $Y_i = b_2 \cdot X_i + a_2$, that allows to calculate the validation characteristics, which do not depend on the analyte and features of the method of analysis.

The urea concentration in the model solution for the point of 100 % in the normalized coordinates $C_{100\%}^{model}$ has been chosen as the concentration provided the absorbance at the level of 0.3–0.5.

For normalization of the obtained experimental data the reference solution with the analyte concentration of $C_{reference} = C_{100\%}^{model}$ is used.

Acceptability criteria for validation parameters have been formed according to the recommendations [9; 10], proceeding from the approximate requirements of *Codex Alimentarius* to the extreme uncertainty of analytical procedures Δ_{As} ($\pm 10\%$) [14], on the basis of systematic application of "insignificance concept" at the conventional level $p = 95\%$ [9]:

$$\delta \leq 0.32 \cdot \Delta_{As} = 3.20\%. \quad (3)$$

When working with the model solutions two following approaches were taken into account [15]:

Approach 1: uncertainty of analytical procedure proper Δ_{As}^{model} is equal to uncertainty of pre-analytical sample preparation:

$$\begin{aligned} \max \Delta_{As}^{model} &= \frac{\max \Delta_{As}}{\sqrt{2}} = 0.707 \cdot \max \Delta_{As} = 0.707 \cdot 10.00\% = 7.07\%; \\ \max \delta^{model} &= 0.32 \cdot \max \Delta_{As}^{model} = 2.26\%. \end{aligned} \quad (4)$$

Approach 2: uncertainty of analytical procedure proper Δ_{As}^{model} is practically insignificant as compared with total uncertainty Δ_{As} :

$$\begin{aligned}\max \Delta_{As}^{model} &= 0.32 \cdot \max \Delta_{As} = 0.32 \cdot 10.00 \% = 3.20 \% ; \\ \max \delta^{model} &= 0.32 \cdot \max \Delta_{As}^{model} = 1.02 \% .\end{aligned}\quad (5)$$

Validation results.

Range. According to our preliminary studies [16] and foreign authors publications [3] the normal urea content in milk is in the range of 0.1 to 0.3 mg/mL; the maximum fixed value was 0.7 mg/mL, and this value was taken by us as nominal (i. e. 100 %). We proposed a threshold content of 60 % of the maximum, i. e. 0.42 mg/mL.

Taking into account the obtained values of urea concentration in milk, the range of application of the developed method was proposed as 20–100 %. According to [10; 11] the additive quantity should, first, be close to the limit value determined, and secondly, be approximately halfway between the upper and lower points of the technique application range. Thus, in our case, the optimal additive will correspond to 60 % level.

In process stability. The results of stability studies are given in tables 1 and 2 (using one analytical sequence as an example).

Table 1

The results of stability studies for the spectrophotometric technique for the quantitative determination of urea (model solutions)

a) in relation to initial time

Parameter	Values									
	0	10 min	20 min	30 min	1 h	2 h	3 h	4 h	5 h	6 h
$A^{model\ stability}$	0.259	0.262	0.263	0.264	0.266	0.259	0.251	0.247	0.241	0.237
$ A_0^{model\ stability} - A_t^{model\ stability} $	–	0.004	0.005	0.005	0.008	0.000	0.008	0.011	0.017	0.021
$\delta^{model\ stability}, \% \leq \max \delta^{model}$	–	1.42	1.80	1.93	2.96	0.00	3.09	4.38	6.70	8.25
<i>Approach 1</i>	$\leq 2.26\ %$	+	+	+	–	+	–	–	–	–
<i>Approach 2</i>	$\leq 1.02\ %$	–	–	–	–	+	–	–	–	–

b) in relation to optimal time

Parameter	Values									
	10 min	20 min	30 min	1 h	2 h	3 h	4 h	5 h	6 h	
$A^{model\ stability}$	0.262	0.263	0.264	0.266	0.259	0.251	0.247	0.241	0.237	
$ A_{10\ min}^{model\ stability} - A_t^{model\ stability} $	–	0.001	0.001	0.004	0.004	0.012	0.015	0.021	0.025	
$\delta^{model\ stability}, \% \leq \max \delta^{model}$	–	0.38	0.51	1.52	1.40	4.45	5.72	8.01	9.53	
<i>Approach 1</i>	$\leq 2.26\ %$	+	+	+	+	–	–	–	–	
<i>Approach 2</i>	$\leq 1.02\ %$	+	+	–	–	–	–	–	–	

Table 2

**The results of stability studies for the spectrophotometric technique
for the quantitative determination of urea (model solutions)**

a) in relation to initial time

Parameter	Values									
	0	10 min	20 min	30 min	1 h	2 h	3 h	4 h	5 h	6 h
$A^{stability}$	0.412	0.423	0.428	0.431	0.438	0.447	0.461	0.474	0.481	0.495
$ A_0^{stability} - A_t^{stability} $	–	0.011	0.017	0.020	0.027	0.036	0.049	0.063	0.070	0.084
$\delta^{stability}, \%$	–	2.67	4.05	4.78	6.48	8.66	11.98	15.22	16.92	20.32
$\delta^{stability}, \% \leq 3.20 \%$		+	–	–	–	–	–	–	–	–

б) in relation to optimal time

Parameter	Values									
	10 min	20 min	30 min	1 h	2 h	3 h	4 h	5 h	6 h	
$A^{stability}$	0.423	0.428	0.431	0.438	0.447	0.461	0.474	0.481	0.495	
$A_{10\ min}^{stability} - A_t^{stability}$	–	0.006	0.009	0.016	0.025	0.038	0.052	0.059	0.073	
$\delta^{stability}, \%$	–	1.34	2.05	3.71	5.84	9.07	12.22	13.88	17.19	
$\delta^{stability}, \% \leq 3.20 \%$		+	+	–	–	–	–	–	–	

Thus, it is optimal to measure the optical density of spectrophotometric solutions not earlier than 10 min, and no later than 30 min after their preparation, which was taken into account in determining the main validation parameters of the procedure.

Linearity/calibration model. The explored method is planned to be applied in variant of method of additives, which requires the presence of a directly proportional relationship between analyte content and analytical signal within the specified range. Thus, it is necessary to confirm not only an acceptable level of technique linearity, but also to demonstrate the insignificance of free part in a linear dependence of the form $Y = b \cdot X + a$ [8; 9].

The validation parameter "linearity / calibration model" was determined using calibration solutions, the range of linearity of the method is from 20 to 100 % + additive, i. e. 20–160 %.

In accordance with [14], the number of concentration levels (g) in the linearity range should be at least 6, and they should be evenly distributed [10]. Preliminary calculations showed that with an amount of concentration levels greater than 8, an acceptable uncertainty of the technique (10 %) can be achieved with an allowable value of the correlation coefficient (0.99), so the following scheme was proposed, %: 20 – 40 – 60 – 80 – 100 – 120 – 140 – 160, i. e., $g = 8$.

The results of the linearity check are given in *table 3*.

Table 3

The results of testing the linearity of the spectrophotometric technique for urea quantitation

Parameter	Values	Acceptability criteria			
		Approach 1		Approach 2	
b^{model}	1.022	–	–	–	–
s_b^{model}	0.020	–	–	–	–
a^{model}	-1.253	$a^{model} \leq t(95\%; g-2) \cdot s_a^{model}$		$a^{model} \leq t(95\%; g-2) \cdot s_a^{model}$	
s_a^{model}	2.012	satisfied		satisfied	
RSD_0^{model}	2.583	$\leq 3.64\%$	satisfied	$\leq 1.65\%$	unsatisfied
R_c^{model}	0.9989	≥ 0.9972	satisfied	≥ 0.9994	unsatisfied

Thus, the technique is characterized by statistical insignificance of a^{model} coefficient, regardless of the approach used to assess the acceptability, a sufficient degree of linearity is provided only within the framework of softer *Approach 1*.

Accuracy and precision. These parameters were evaluated in two stages – using model urea solutions and using model milk samples.

According to the recommendations [9; 10; 14] the accuracy and precision of the procedure were evaluated at low (20 %), medium (60 %), and high (100 %) concentration levels within three analytical sequences.

The results of the studies are given in *table 4* for two variants of using the method of additives and show that the contribution of the actual analytical procedure to the overall error of the technique can not be considered insignificant.

In this case, the technique correctness (i. e., systematic error) is characterized by satisfactory indicators with sufficient margin of safety.

At the second stage, the validation was carried out using model samples of milk. Milk samples of different fat content, % (0.5, 3.2, 0) from three different manufacturers for each type (i. e. 9 samples) were taken, according to preliminary studies with a low urea content.

Three aliquots were taken from each test sample and urea (as standard solutions) was introduced into them at various concentration levels. Then two aliquots were taken from the samples, one was fed with a standard fixed urea additive, and the second one – the same volume of phosphate buffer solution (pH 7), and two aliquots were analyzed in accordance with the procedure. As a compensatory solution, a solution obtained by processing the appropriate blank sample (a native milk sample) was used in accordance with the procedure.

The validation results are presented in *table 5* for two variants of using the methods of additives.

Table 4

The results of checking the correctness and precision of the spectrophotometric technique for the quantitative determination of urea (model solutions) in variant of the method of additives

Factual concentration of urea in model solution ($C_{reference} = 0.70$ mg/mL)	Absorbance		Calculated concentration of urea in model solution $X_{i,calc}^{model MA}$, %	$RR_i^{model MA}$, %	$K_{i,fact}^{model MA}$	$K_{i,calc}^{model MA}$	$RR_i^{model MA}$, %
	$C_i^{model MA}$, mg/mL	$X_{i,fact}^{model MA}$, %					
0.14	20	0.081	0.331	19.44	4.000	4.086	102.16
0.14	20	0.082	0.323	20.41	4.000	3.939	98.48
0.14	20	0.080	0.323	19.75	4.000	4.038	100.94
0.42	60	0.250	0.491	62.24	2.000	1.964	98.20
0.42	60	0.267	0.534	60.00	2.000	2.000	100.00
0.42	60	0.249	0.493	61.23	2.000	1.980	99.00
0.70	100	0.413	0.656	101.98	1.600	1.588	99.27
0.70	100	0.423	0.675	100.71	1.600	1.596	99.73
0.70	100	0.417	0.665	100.89	1.600	1.595	99.67
				$\bar{RR}^{model MA}$, %	100.82		
				$\delta^{model MA}$, % = $ 100 - \bar{RR}^{model MA} \leq \max \delta^{model}$	0.82		
				Approach 1	satisfied		
				Approach 2	satisfied		
				$RSD_{RR}^{model MA}$, %	1.97		
				$\Delta_{RR}^{model MA} = t(95\%; n-1) \cdot RSD_{RR}^{model MA} \leq \max \Delta_{AS}^{model}$	3.73		
				Approach 1	satisfied		
				Approach 2	unsatisfied		

Table 5

The results of checking the accuracy and precision of the spectrophotometric technique for the quantitative determination of urea (model milk samples) in variant of method of additives

Factual concentration of urea in model sample		Absorbance		Calculated concentration of urea in model sample $X_{i,calc}^{MA}$, %	RR_i^{MA} , %	$K_{i,fact}^{MA}$	$K_{i,calc}^{MA}$	RR_i^{MA} , %
$C_i^{sample MA}$, mg/mL	$X_{i,fact}^{MA}$, %	$A_{i,sample MA}$	$A_{i+rad}^{sample MA}$					
Milk, 0.5% fat								
0.14	20	0.080	0.318	20.17	100.84	4.000	3.975	99.38
0.14	20	0.085	0.337	20.24	101.19	4.000	3.965	99.12
0.14	20	0.090	0.352	20.61	103.05	4.000	3.911	97.78
0.42	60	0.245	0.483	61.76	102.94	2.000	1.971	98.57
0.42	60	0.258	0.525	57.98	96.63	2.000	2.035	101.74
0.42	60	0.268	0.528	61.85	103.08	2.000	1.970	98.51
0.70	100	0.403	0.647	99.10	99.10	1.600	1.605	100.34
0.70	100	0.424	0.676	100.95	100.95	1.600	1.594	99.65
0.70	100	0.439	0.688	105.78	105.78	1.600	1.567	97.95
				\overline{RR}^{MA} , %	101.51			
				δ^{MA} , % = $ 100 - \overline{RR}^{MA} \leq \max \delta = 3.20$ %	1.51			
				RSD_{RR}^{MA} , %	satisfied			
				$\Delta_{RR}^{MA} = t(95\%, n-1) \cdot RSD_{RR}^{MA} \leq \max \Delta_{AS}^{MA} = 10.00$ %	2.64			
					5.00			
					satisfied			
Milk, 3.2% fat								
0.14	20	0.090	0.347	21.01	105.06	4.000	3.856	96.39
0.14	20	0.096	0.375	20.65	103.23	4.000	3.906	97.66
0.14	20	0.089	0.354	20.15	100.75	4.000	3.978	99.44
0.42	60	0.254	0.501	61.70	102.83	2.000	1.972	98.62
0.42	60	0.291	0.588	58.79	97.98	2.000	2.021	101.03
0.42	60	0.265	0.517	63.10	105.16	2.000	1.951	97.55
0.70	100	0.423	0.678	99.53	99.53	1.600	1.603	100.18

Table 5

Factual concentration of urea in model sample		Absorbance		Calculated concentration of urea in model sample $X_{i,calc}^{MA}$, %	RR_i^{MA} , %	$K_{i,fact}^{MA}$	$K_{i,calc}^{MA}$	RR_i^{MA} , %
$C_i^{sample MA}$, mg/mL	$X_{i,fact}^{MA}$, %	$A_i^{sample MA}$	$A_{i+ad}^{sample MA}$					
0.70	100	0.457	0.723	103.08	103.08	1.600	1.582	98.88
0.70	100	0.446	0.705	103.32	103.32	1.600	1.581	98.79
				\overline{RR}^{MA} , %	102.33			
				δ^{MA} , % = $ 100 - \overline{RR}^{MA} \leq \max \delta = 3.20$ %	2.33			
				RSD_{RR}^{MA} , %	satisfied			
				$\Delta_{RR}^{MA} = t(95\% ; n-1) \cdot RSD_{RR}^{MA} \leq \max \Delta_{As}^{MA} = 10.00$ %	2.43			
					4.61			
					satisfied			
Milk, reconstituted and fatless								
0.14	20	0.078	0.319	19.42	97.10	4.000	4.090	102.24
0.14	20	0.081	0.322	20.17	100.83	4.000	3.975	99.38
0.14	20	0.082	0.324	20.33	101.65	4.000	3.951	98.78
0.42	60	0.235	0.475	58.75	97.92	2.000	2.021	101.06
0.42	60	0.239	0.478	60.00	100.00	2.000	2.000	100.00
0.42	60	0.246	0.478	63.62	106.03	2.000	1.943	97.15
0.70	100	0.399	0.636	101.01	101.01	1.600	1.594	99.62
0.70	100	0.398	0.639	99.09	99.09	1.600	1.606	100.35
0.70	100	0.405	0.646	100.83	100.83	1.600	1.595	99.69
				\overline{RR}^{MA} , %	100.50			
				δ^{MA} , % = $ 100 - \overline{RR}^{MA} \leq \max \delta = 3.20$ %	0.50			
				RSD_{RR}^{MA} , %	satisfied			
					2.57			
				$\Delta_{RR}^{MA} = t(95\% ; n-1) \cdot RSD_{RR}^{MA} \leq \max \Delta_{As}^{MA} = 10.00$ %	4.87			
					satisfied			

Thus, it was found that the precision of using the second variant of the method of additive (according to the calculation of the coefficient $K^{MA} = A_{i+ad} / A_i$) is relatively slightly higher. At the same time, both approaches are characterized by the correctness indicators at the same level.

Limit of detection and limit of quantification. The technique's limit of quantification (LOQ) is set as the lower limit of application range [10], i. e. 0.14 mg/mL. The limit of detection (LOD) is calculated as 0.33 [17], i. e. it is 0.05 mg/mL.

Specificity/selectivity. In the framework of this technique, it is not possible to evaluate its specificity with respect to the matrix components by a direct method because it is impossible to simulate a blank sample. Therefore, we proposed to determine the specificity/selectivity of the technique by comparing the analytical signals $A_i^{sample MA}$ obtained during the validity and precision testing for samples with urea content at quantitative limit level (model samples 1.1), with the corresponding values of the analytical signals $A_i^{model MA}$ obtained for model solutions 1.1. The ratio of these values R_i^{MA} should not differ from the nominal value (100 %) by more than the quantification limit value, i. e. 20 %.

The results of this study are shown in *table 6* and show the acceptable specificity of the explored method.

Table 6

**The results of testing the specificity/selectivity
of the spectrophotometric procedure for urea quantitation**

Factual concentration of urea in model sample		Absorbance		$R^{MA} = \left 1 - \frac{A_i^{sample MA}}{A_i^{model MA}} \right \cdot 100 \%$	Acceptability criterion $R^{MA} \leq 20 \%$
$C_i^{sample MA}$, mg/mL	$X_{i, fact}^{MA}$, %	$A_i^{sample MA}$	$A_i^{model MA}$		
Milk, 0.5 % fat					
0.14	20	0.080	0.081	1.23	satisfied
0.14	20	0.085	0.082	3.66	satisfied
0.14	20	0.090	0.080	12.50	satisfied
Milk, 3.2 % fat					
0.14	20	0.090	0.081	11.11	satisfied
0.14	20	0.096	0.082	17.07	satisfied
0.14	20	0.089	0.080	11.25	satisfied
Milk, reconstituted and fatless					
0.14	20	0.078	0.081	3.70	satisfied
0.14	20	0.081	0.082	1.22	satisfied
0.14	20	0.082	0.080	2.50	satisfied

Total uncertainty. The forecast of the technique uncertainty was performed using the method of total allowable error [18] and recommendations [10] and represents the maximum possible error of the technique

with the worst combination of conditions for its implementation; this value was 7.33 %, which does not exceed the maximum permissible uncertainty of the technique (10 %).

Results of urea determination in milk samples. Using the proposed technique, a quantitative determination of urea in commercially available milk samples was done.

Three types of milk (0.5 % fat, 3.2 % fat, reconstituted and fatless) were selected for the analysis, from one producer; for each type of milk, 4 samples were taken from three different packages. An appropriate additive (phosphate buffer solution and urea solution at level of 20, 60, 100 % of nominal content) was introduced into each milk sample and analyzed in accordance with the procedure. According to the obtained optical density data, the urea content in milk was calculated for different concentrations of the additive.

The analysis results are presented in *table 7*.

Table 7

**The results of quantitative determination of urea in milk samples
in variant of method of additives**

Parameter	Milk, 0.5 % fat			Milk, 3.2 % fat			Milk, reconstituted and fatless		
	A_i^{MA}	0.129	0.128	0.139	0.179	0.181	0.183	0.154	0.155
A_{i+ad}^{MA} (20 %)	0.221	0.216	0.222	0.270	0.276	0.273	0.237	0.233	0.277
A_{i+ad}^{MA} (60 %)	0.388	0.384	0.400	0.439	0.45	0.443	0.401	0.400	0.452
A_{i+ad}^{MA} (100 %)	0.556	0.545	0.586	0.608	0.633	0.628	0.564	0.574	0.633
$X_{i,calc}^{MA}, \%$	28.04	29.09	33.49	39.34	38.11	40.67	37.11	39.74	37.11
	29.88	30.00	31.95	41.31	40.37	42.23	37.41	37.96	39.71
	30.21	30.70	31.10	41.72	40.04	41.12	37.56	36.99	39.74
$\bar{X}_{calc}^{MA}, \%$	29.38	29.93	32.18	40.79	39.51	41.34	37.36	38.23	38.85
$C_{calc}, \%$	0.21	0.21	0.23	0.29	0.28	0.29	0.26	0.27	0.27
$RSD_X^k, \%$	3.98	2.69	3.78	3.12	3.10	1.95	0.62	3.65	3.87
$RSD_X^{total}, \%$	3.53			2.78			3.09		
$\Delta_{X,r}^{total}, \%$	6.56			5.16			5.75		

Thus, we can see that the total relative uncertainty of the average result obtained does not exceed the maximum allowable value (10 %) and the forecast value calculated by us during the validation (7.33 %).

The urea content in the analyzed commercially available milk samples is in the range of 0.21–0.29 mg/mL, which corresponds to the

preliminary monitoring data (not more than 0.3 mg/mL), does not exceed the suggested standard value (0.42 mg/mL).

Thus, the method of additives is based on measuring the optical density of two aliquots of milk sample, one with the addition of urea of known concentration, and the other without it, and further incorporating the results into formula. This method allows significantly speed up the analysis of urea content in milk.

In connection with the importance of measuring this parameter in the field of analysis of dairy raw materials quality, production of dairy products, veterinary medicine, it seems reasonable to introduce requirements for the permissible content of urea in milk. In this work the validation of fast and convenient analysis technique for this purpose is conducted.

Conclusion. As a result of the work, a step-by-step validation of the method for the quantitative determination of urea in milk by method of absorption spectrophotometry in visible region of spectrum was carried out in variant of using the method of additives (MA). It was found that the measurement of optical density of spectrophotometric solutions is optimal not earlier than 10 minutes, and no later than 30 minutes after their preparation; the acceptable uncertainty of the technique (10 %) with an allowable value of correlation coefficient (0.99) can be achieved with a number of concentration levels more than 8. The correctness of the technique is characterized by satisfactory indicators. The procedure is effective in the range of 0.14–0.7 mg/mL, the detection limit is 0.05 mg/mL. The uncertainty forecast was 7.33 %, which does not exceed the maximum permissible uncertainty of the technique (10 %).

The use of the proposed technique allows quantifying the urea content in milk samples without the need to build a calibration curve and long calculations, which significantly speeded up the analysis process, reduced material and time costs, and at the same time to obtain correct and accurate results.

REFERENCES

1. *Manual of methods of analysis of foods. Milk and milk products.* Food Safety and Standards Authority of India. 2015. URL : http://old.fssai.gov.in/Portals/0/Pdf/Draft_Manuals/MILK_AND_MILK_PRODUCTS.pdf.
2. *Ikuta K., Sasakura K., Nishimori K., Hankanga C., Okada K., Yasuda J.* Effects of supplement feeding order on lactation, diurnal variation of ruminal ammonia and urea in the blood and milk of dairy cows. *Anim. Sci. J.* 2005. N 76. P. 29—36.
3. *Geerts N. E., De Brabander D. L., Vanacker J. M., De Boever J. L., Botterman S. M.* Milk urea concentration as affected by complete diet feeding and protein balance in the rumen of dairy cattle. *Livest. Prod. Sci.* 2004. N 85. P. 263—273.
4. *Bueno L., De Araujo W. R., Salles M. O., Kussuda M. Y., Paixão T. R. L. C.* Voltammetric Electronic Tongue for Discrimination of Milk Adulterated with Urea, Formaldehyde and Melamine. *Chemosensors.* 2014. N 2. P. 251—266.

5. Khan K. M., Krishna H., Majumder S. K., Gupta P. K. Detection of Urea Adulteration in Milk Using Near-Infrared Raman Spectroscopy. *Food and Bioprocess Technology*. 2015. N 8. P. 93. DOI:10.1007/s12161-014-9873-z.
6. Jha S. N., Jaiswal P., Borah A., Gautam A. K., Srivastava N. Detection and Quantification of Urea in Milk Using Attenuated Total Reflectance-Fourier Transform Infrared Spectroscopy. *Food and Bioprocess Technology*. 2015. N 8. P. 926. DOI:10.1007/s11947-014-1455-y.
7. Danzer K., Otto M., Currie L. A. Guidelines for calibration in analytical chemistry. Part 2. Multispecies calibration. *Pure Appl Chem*. 2004. Vol. 76 (6). P. 1215—1225.
8. Dvorkyn V. Y. Metrologyja y obespechene kachestva kolychestvennogo hymycheskogo analyza. M. : Hymyja, 2001. 263 s.
9. Gryzodub A. Y. Standartyzovannye proceduryy valydacyy metodyk kontrolja kachestva lekarstvennyyh sredstv. Har'kov : GP "Ukraynskyj nauchnyj farmakopejnyj centr kachestva lekarstvennyyh sredstv", 2016. 396 s.
10. Klimenko L. Ju. Kompleksnyj pidhid do rozrobky ta validacii' metodyk kil'kisnogo vyznachennja analitiv u biologichnyh ridynah v himiko-toksykologichnomu analizi : avtoref. dys. ... dokt. farm. nauk. Harkiv. 2016. 48 s.
11. Dorogova V. B., Ygnat'eva L. P. Metodyy fotometrycheskogo analyza v sanytarno-gygyenycheskyh yssledovanyjah. M. : Akademyja estestvoznanyja, 2013. 102 c.
12. Skoog D. A., West D. M., Holler F. J., Crouch S. R. *Fundamentals of Analytical Chemistry*. 9th ed. Brooks/Cole ; Cengage Learning, 2014. 1090 p.
13. *Encyclopedia of Analytical Chemistry: Applications, Theory, and Instrumentation*. Ed. by R. A. Meyers : John Wiley & Sons Ltd, 2000. 14484 p.
14. Thompson M., Ellison S. L. R., Wood R. Harmonized guidelines for single laboratory validation of methods of analysis (IUPAC Technical Report). *Pure Appl. Chem*. 2002. Vol. 74, N 5. P. 835—855.
15. Klymenko L. Ju., Petjunin G. P. Standartyzovana procedura validacii' metodyk kil'kisnogo vyznachennja analitiv v biologichnyh ridynah u varianti metodu dobavok dlja zastosuvannja v analitychnij toksykologii' : metod. rek. 105.15/248.15 . Kyi'v, 2015. 36 s.
16. Zhukova Ya., Petrov P., Mudrak T. Structure of nitrogen fractions organic and conventional cow's milk : I Mizhnar. nauk.-prakt. forum "Innovacii' v nauci ta osviti: vyklyky suchasnosti", 12—17 veres. 2016 r., Bolgarija – Ukrai'na. S. 190—191.
17. Dorogova V. B., Ygnat'eva L. P. Metodyy fotometrycheskogo analyza v sanytarno-gygyenycheskyh yssledovanyjah. M. : Akademyja estestvoznanyja, 2013. 102 c.
18. Dybkaer R. From Total Allowable Error via Metrological Traceability to Uncertainty of Measurement of the Unbiased Result. *Accred. Qual. Assur*. 1999. Vol. 4 (9—10). P. 401—405.

Articles submitted to editors office of 06.09.2017.

Жукова Я., Петров П., Кліменко Л. Експрес-метод кількісного визначення сечовини в молоці.

Постановка проблеми. Раціон великої рогатої худоби та спосіб годівлі є найважливішими факторами, що обумовлюють вміст сечовини в молоці. Споживання корму впливає на щоденний вміст аміаку в кишечнику, сечовини в плазмі крові та молоці, що важливо для працівників ферм, технологів молокопереробної галузі, спеціалістів лабораторій контролю якості.

Мета роботи – розробка і проведення поетапної валідації методики кількісного визначення вмісту сечовини в молоці методом абсорбційної спектрофотометрії у варіанті використання методу добавок. Цей метод застосовують при аналізі складних розчинів, оскільки він дозволяє автоматично врахувати вплив "третіх" компонентів.

Матеріали і методи. Використання методу добавок передбачав відбір двох проб однакового об'єму зразка, який надходить на аналіз; до однієї вводили певну кількість розчину-добавки цільового аналізу (сечовини). Потім обидві проби аналізували відповідно до методики і отримували значення оптичної щільності на спектрофотометрі та проводили розрахунки вмісту сечовини за формулою. Розробку методики проведено поетапною валідацією за такими параметрами: стабільність, діапазон застосування, лінійність, правильність, прецизійність, межа виявлення, кількісне визначення, специфічність, робастність.

Результати дослідження. Встановлено, що проведення вимірювання оптичної щільності розчинів оптимально не раніше, ніж через 10 хв, і не пізніше, ніж через 30 хв після їх приготування; прийнятна невизначеність методики (10 %) при допустимому значенні коефіцієнта кореляції (0.99) може бути досягнута при кількості концентраційних рівнів, більше за 8. Правильність методики характеризується задовільними показниками. Методика ефективна в діапазоні 0.4–0.7 мг/мл, межа виявлення становить 0.05 мг/мл. Прогноз невизначеності – 7.33 %, що не перевищує максимально допустиму невизначеність методики (10 %).

Висновки. Виконано кількісне визначення сечовини в зразках молока без необхідності побудови калібрувальної кривої і тривалих розрахунків, що дозволило значно прискорити процес аналізу, скоротити матеріальні й витрати часу, і при цьому отримати правильні й точні результати, завдяки проведеній валідації методики.

Ключові слова: метод добавок, молоко, сечовина, спектрофотометрія.

УДОСКОНАЛЕННЯ СПОЖИВЧИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ НЕПРОДОВОЛЬЧИХ ТОВАРІВ

УДК 006.063:687.172

**Юлія ГЛЕВІЧ,
Наталія ОЗОЛІНА,
Єва КУЧМА**

МАРКОВАННЯ ОДЯГУ ЗАХИСНОГО ЗА ВИМОГАМИ МІЖНАРОДНИХ СТАНДАРТІВ

Проаналізовано нормативи щодо маркування захисного одягу при проведенні оцінки відповідності вимогам Технічного регламенту засобів індивідуального захисту. Робота має практичне значення як для виробників захисного одягу, так і для торгівлі ним на території України та розширення потенційних ринків збуту в країнах Європейського Союзу.

Ключові слова: оцінка відповідності, засоби індивідуального захисту, маркування, законодавство України, нормативні документи.

Гилевич Ю., Озолина Н., Кучма Е. Маркировка одежды защитной согласно требованиям международных стандартов. Проанализированы нормативы к маркировке защитной одежды при проведении оценки соответствия требованиям Технического регламента средств индивидуальной защиты. Работа имеет практическое значение как для производителей защитной одежды, так и для ее реализации на территории Украины и расширения потенциальных рынков сбыта в странах Европейского Союза.

Ключевые слова: оценка соответствия, средства индивидуальной защиты, маркировки, законодательство Украины, нормативные документы.

Постановка проблеми. Маркування продукції є невід'ємною частиною оцінки відповідності та важливою потребою всіх учасників ринку, які зацікавлені в достовірній інформації. Повноцінне задоволення цієї потреби є відчутно дієвим чинником розвитку бізнесу.

© Юлія Глевіч, Наталія Озоліна, Єва Кучма, 2017

Питання маркування при оцінці відповідності засобів індивідуального захисту є на сьогодні одним із актуальних питань для всіх суб'єктів економічної діяльності: виробників, імпортерів, повноважних представників, дистриб'юторів, споживачів і регуляторних органів.

Відповідно до статті 56 Угоди про Асоціацію між Україною та ЄС, Україна має поступово впроваджувати європейські стандарти як національні згідно з вимогами Європейського законодавства. Протягом 2017 р. введено в дію 15 нормативних документів на засоби індивідуального захисту (одяг, взуття, засоби захисту рук), ідентичних сучасним діючим міжнародним і європейським нормативним документам. Зокрема, з 1 жовтня 2017 р. введено в дію такі нормативні документи на захисний одяг:

- ДСТУ EN ISO 13688:2016 "Одяг захисний. Загальні вимоги" [1];
- ДСТУ EN ISO 11611:2016 "Одяг захисний для використання під час зварювання та суміжних процесів" [2];
- ДСТУ EN ISO 20471:2016 "Одяг підвищеної видимості. Методи випробування та вимоги" [3];
- ДСТУ EN ISO 14116:2016 "Одяг захисний. Захист від полум'я. матеріали, пакети матеріалів та одяг, що обмежують поширення полум'я" [4];
- ДСТУ EN 15614:2016 "Одяг захисний для пожежників. Лабораторні методи випробування та технічні вимоги до одягу для гасіння пожеж на територіях із ґрунтово-рослинним покривом" [5].

Основним нормативним документом, в якому зазначено загальні вимоги щодо властивостей і маркування для захисного одягу є ДСТУ EN ISO 13688:2016 [1]. Ураховуючи введення нових нормативних документів і те, що цей вид одягу має винятково важливе значення для захисту життя і здоров'я людини, питання його маркування особливо гостро стоїть перед виробниками, які реалізують свою продукцію на ринках України чи Євросоюзу.

Мета роботи – аналіз нових вимог щодо маркування захисного одягу відповідно до міжнародних стандартів.

Матеріали та методи. В основу дослідження покладено методи наукового пізнання, системного підходу й узагальнення, аналіз законодавчих і нормативних документів.

ДСТУ EN ISO 13688:2016 [1] встановлено лише *загальні вимоги*, а вимоги щодо маркування одягу певних захисних властивостей зазначаються в НД на конкретний його вид. Як приклад, проаналізовано вимоги до одягу захисного для використання під час зварювання й суміжних процесів [2].

Результати дослідження. Загальні положення чинного законодавства України, щодо оцінки відповідності засобів індивідуального захисту, до яких належить захисний одяг, визначено Технічним регламентом засобів індивідуального захисту (*далі* – Технічний регламент ЗІЗ) [6],

який розроблено на основі Директиви 89/686/ЄС Ради ЄС "Про зближення правових приписів держав-членів щодо засобів індивідуального захисту". Вимоги цього документа охоплюють сферу поширення, класифікацію за категоріями захисту, процедури оцінювання відповідності, введення в обіг і правила маркування захисного одягу.

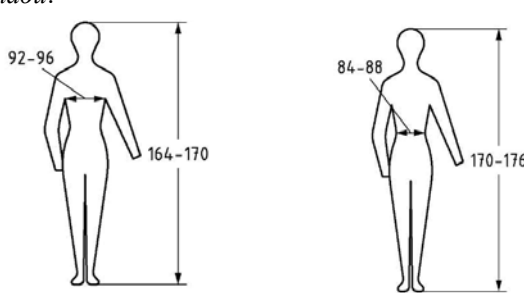
Вимоги щодо маркування захисного одягу викладено в ДСТУ EN ISO 13688:2016 [1], який призначено тільки для застосування в поєднанні з іншими стандартами, які містять вимоги до конкретних захисних властивостей виробу, а не на самостійній основі.




Для сприйняття інформації щодо маркування захисного одягу, змісту інструкцій тощо проаналізуємо зміст ДСТУ EN ISO 13688:2016 [1] і ДСТУ EN ISO 11611:2016 [2]. Вимоги цих НД щодо змісту етикеток, їх місця розташування, ідентифікації виробника або його офіційного представника та іншої інформації оптимально доповнюють один одного.

Зокрема, вимоги до матеріалу, який застосовується для виготовлення етикеток, у [2] є більш конкретними й повними. Вказується, що рекомендовано застосування етикеток, які вшиваються у виріб. Вони повинні бути виготовлені зі стійкого до зносу матеріалу білого кольору, а інформація має легко читатися протягом усього терміну експлуатації виробу. Також цей документ уточнює, що коли захисний одяг складається з кількох предметів, скажімо куртка й штани, маркується кожний виріб окремо. Зі свого боку ДСТУ EN ISO 13688:2016 [1] в маркуванні дозволяє замість виробника зазначати його офіційного представника.

Вимоги до маркування щодо проведення ідентифікації продукції (з прикладами) зазначено в таблиці.

Вимоги щодо ідентифікації продукції

ДСТУ EN ISO 13688:2016 [1]	ДСТУ EN ISO 11611:2016 [2]
Позначення виду виробу, комерційної назви або коду	Вказується назва виробу. <i>Приклад:</i> Куртка чоловіча захисна для зварювальника, позначення артикулу та/чи моделі
Позначення розміру	Позначається розмір. <i>Приклади:</i> 
	Застосовується для курток, пальто, жилетів і комбінезонів Застосовується для штанів Усі розміри надають у сантиметрах

ДСТУ EN ISO 13688:2016 [1]	ДСТУ EN ISO 11611:2016 [2]
<p>Піктограми та рівень експлуатаційних властивостей, тільки якщо це визначено стандартом на виріб.</p> <p>Для систематизації вимог число, яке позначає рівень експлуатаційних властивостей, розташовують поряд з піктограмою або під нею.</p> <p>Ці числа завжди необхідно зазначати в тій самій фіксованій послідовності, як це передбачено у конкретному стандарті</p>	<p>Зазначаються у такій послідовності: номер і рік стандарту, потім графічний символ "Захист від ризиків під час зварювальних робіт ISO 7000-2683", а також позначення <i>Клас 1</i> чи <i>Клас 2</i> і кодове позначення <i>A1</i> або <i>A1+A2</i> у відповідному випадку для обмеженого поширення полум'я.</p> <p><i>Приклад:</i> ДСТУ EN ISO 11611:2016</p>  <p><i>Клас 1, "A1+A2"</i></p>
<p>Маркування з догляду та/або обмежувальне маркування згідно з ISO 3758 та/або ISO 30023, у разі необхідності.</p> <p>За наявності спеціальних вимог до маркування максимально рекомендованого числа процесів очищення, це максимальне число процесів повинно бути зазначено після слова <i>тах</i> поряд з маркуванням.</p> <p><i>Приклад:</i> тах 25 х</p>	<p>Наносять символи по догляду за текстильним виробом згідно з ДСТУ ISO 3758:2005 [7].</p> <p><i>Приклад:</i></p>  <p>тах 5 х.</p> <p><i>Пояснення:</i> Мінімальна кількість процедур очищення, що включає прання/або хімічне чищення та сушіння, для захисного одягу зварника встановлена 5, якщо не зазначено "лише для одноразового використання"</p>
<p>Одноразові засоби індивідуального захисту повинні мати попередження "Для одноразового використання" та/або піктограму згідно з ISO 7000-1051</p>	<p>Предмети одягу, призначені для одноразового використання, повинні мати маркування "Повторно використовувати заборонено" та графічний символ згідно з ДСТУ ISO 7000:2004 [8]</p> 

Отже, ДСТУ EN ISO 11611:2016 [2] конкретизує положення ДСТУ EN ISO 13688:2016 [1] щодо продукції стосовно назви, розмірів, захисних властивостей, вимог експлуатації. Оскільки ДСТУ EN ISO 13688:2016 не може бути застосований без урахування вимог інших стандартів, незалежно від того, нанесено його на піктограму чи ні (базовий символ захисту), він не повинен надаватись як єдине маркування на будь-якому захисному одязі. Зокрема, при маркуванні захисного одягу для зварювальників не дозволяється зазначати ДСТУ EN ISO 13688:2016 [1] без ДСТУ EN ISO 11611:2016 [2].

Щодо вимог стосовно інформації, яку надає виробник в інструкції з експлуатації або інформаційному листі, то EN ISO 13688:2016, на відміну від ДСТУ EN ISO 11611:2016, містить загальні вимоги до виробу відносно переліку випробовувань, які повинні бути проведені користувачем до експлуатації, рекомендацій щодо примірки (як одягати та знімати), інструкції щодо належного використання виробу для запобігання ризику отримання травми, інструкції щодо зберігання та

технічного обслуговування із зазначенням максимального періоду між перевірками технічного обслуговування, інструкції щодо розпізнавання зношення та втрати експлуатаційних властивостей виробу. Приміром, зазначення факторів, які впливають на зменшення захисту, вимог, у разі необхідності, щодо проходження навчання та підготовки, зокрема, рівень досвіду, необхідний для безпечної експлуатації захисного одягу, інструкцій щодо ремонту.

ДСТУ EN ISO 11611:2016 [2] конкретизує положення EN ISO 13688:2016 в розділах попередження щодо небезпеки неналежного використання та інформації для користувача стосовно процедури очищення.

Захисний одяг повинен мати в маркуванні спеціальні графічні символи – піктограми, які містять важливу інформацію про його спеціальні й захисні властивості. ДСТУ ISO 7000:2004 [8] містить добірку графічних символів (зокрема, піктограм), які наносяться на будь-яке обладнання або його вузли, що передають особі (особам), які використовують це устаткування, відомості про його експлуатацію. Перелік піктограм, які стосуються захисного одягу, відповідно до зазначеного НД, наведено в [1] з урахуванням ISO 7000:2014 [9].



Знак відповідності
технічним регламентам

Згідно з Законом України "Про технічні регламенти та оцінку відповідності" й Технічним регламентом ЗІЗ, під час проведення оцінки відповідності виробник, або його уповноважена особа, або постачальник маркує кожен одиницю засобу захисту знаком відповідності технічним регламентам (рисунки). Цей знак є єдиним, що свідчить про відповідність продукції загальнообов'язковим вимогам

безпеки, які діють на території України щодо продукції певної категорії. Він належить державі, опис і правила його застосування затверджено відповідним НД [10].

Знак відповідності технічним регламентам супроводжується ідентифікаційним номером призначеного органа з оцінки відповідності, якщо такий орган був залучений на етапі контролю виробництва.

Формат ідентифікаційного номера призначеного органа з оцінки відповідності: *UA.TR.YYY*, де: *UA* – умовне позначення України латинськими літерами; *TR* – умовне позначення органа з оцінки відповідності, який призначено на виконання робіт з оцінки відповідності вимогам технічних регламентів; *YYY* – порядковий номер органа з оцінки відповідності.

Висновок. Реалії сьогодення спонукають українських виробників запроваджувати європейські стандарти, зокрема це стосується захисного одягу. Аналіз положень нормативних документів, прийнятих в Україні й світі щодо маркування захисного одягу, уможливив виявити, що загальні вимоги до такого маркування містяться в

ДСТУ EN ISO 13688:2016 "Одяг захисний. Загальні вимоги". Водночас діють і специфічні вимоги, які наводяться вже в окремих нормативних документах на конкретний вид захисного одягу, щодо якого є свої маркувальні інформаційні символи, які свідчать про спосіб експлуатації цього виробу.

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. ДСТУ EN ISO 13688:2016. Одяг захисний. Загальні вимоги. Київ : ДП "УкрНДНЦ", 2016. 22 с.
2. ДСТУ EN ISO 11611:2016. Одяг захисний для використання під час зварювання та суміжних процесів. Київ : ДП "УкрНДНЦ", 2016. 22 с.
3. ДСТУ EN ISO 20471:2016. Одяг підвищеної видимості. Методи випробування та вимоги. Київ : ДП "УкрНДНЦ", 2016. 22 с.
4. ДСТУ EN ISO 14116:2016. Одяг захисний. Захист від полум'я. матеріали, пакети матеріалів та одяг, що обмежують поширення полум'я. Київ : ДП "УкрНДНЦ", 2016. 15 с.
5. ДСТУ EN 15614:2016. Одяг захисний для пожежників. Лабораторні методи випробування та технічні вимоги до одягу для гасіння пожеж на територіях із ґрунтово-рослинним покривом. Київ : ДП "УкрНДНЦ", 2016. 22 с.
6. Технічний регламент засобів індивідуального захисту. URL : <http://zakon3.rada.gov.ua/laws/show/761-2008-%D0%BF>.
7. ДСТУ ISO 3758:2005. Матеріали текстильні. Маркування символами щодо догляду. Київ : Держспоживстандарт України, 2007. 15 с.
8. ДСТУ ISO 7000:2004. Графічні символи, що їх використовують на устаткуванні. Показчик та огляд. Київ : Держспоживстандарт України, 2006. 235 с.
9. ISO 7000:2014 Graphical symbols for use on equipment – Registered symbols. URL : <https://www.iso.org/standard/65977.html>.
10. Про затвердження модулів оцінки відповідності, які використовуються для розроблення процедур оцінки відповідності, та правил використання модулів оцінки відповідності. URL : <http://zakon2.rada.gov.ua/laws/show/95-2016-%D0%BF>.

Стаття надійшла до редакції 22.11.2017.

Gilevich I., Ozolina N., Kuchma E. Marking of protective clothing in accordance with international standards.

Background. Product marking is an integral part of the assessment of compliance and the important need of all market participants who are interested in reliable information. In 2017, 15 normative documents on individual protection means (clothing, footwear, means of protection of hands) identical to the current international and European normative documents were put into operation.

Taking into account the introduction of new normative documents and the fact that this type of clothing is extremely important for the protection of human life and health, the issue of its marking is particularly acute.

The aim of the work is to analyze new requirements for the marking of protective clothing in accordance with international standards.

Material and methods. The research is based on the methods of scientific knowledge, systematic approach and generalization, analysis of legislative and regulatory documents.

Since SSU EN ISO 13688:2016 [1] sets only general requirements and requirements for the marking of clothing of certain protective properties are specified in the normative documents on specific type of clothing, the requirements for protective clothing for use during welding and related processes were analyzed [2].

Results. The Technical Regulation on individual protection means [6] determines general provisions of the current legislation of Ukraine regarding the assessment of the conformity of personal protective equipment, which includes protective clothing. The requirements of this document cover the scope of distribution, classification by category of protection, conformity assessment procedures, putting into circulation and rules for marking of the protective clothing.

Requirements for the marking of protective clothing are set out in SSU EN ISO 13688 2016 [1], which is intended only for use in combination with other standards that contain requirements to the specific protective properties of the product, rather than on an independent basis.

SSU EN ISO 11611:2016 [2] specifies the provisions of SSU EN ISO 13688:2016 [1] concerning products, name, sizes, protective properties, requirements for use. Since SSU EN ISO 13688:2016 can not be applied without taking into account the requirements of other standards, it should not be given as a single marking on any protective clothing, regardless of whether it is affixed to the icon or not (the basic security symbol).

As to the information requirements provided by the manufacturer in the operating instructions or in the information sheet, the EN ISO 13688:2016, in contrast to SSU EN ISO 11611:2016, contains general product requirements for a list of tests to be performed by the user prior to use, recommendations for trying on, instructions for proper use of the product to prevent the risk of injury, storage and maintenance with indication of the maximum period between maintenance checks, instructions for recognizing wear and loss of operational properties of the product.

SSU EN ISO 11611:2016 [2] specifies the provision of EN ISO 13688:2016 in the chapters on warning about the danger of improper use and on user information regarding the procedure for cleaning.

Conclusion. Today's realities encourage Ukrainian manufacturers to introduce European standards that also relates to the protective clothing. An analysis of the provisions of the normative documents adopted in Ukraine and in the world regarding the marking of protective clothing allowed to reveal that the general requirements for such marking are contained in SSU EN ISO 13688:2016 "Protective clothing – general requirements". However, there are also specific requirements that are contained in separate regulations on a specific type of protective clothing, which has its own marking information symbols that indicate the way of exploitation of this product.

Keywords: conformity assessment, means of individual protection, marking, legislation of Ukraine, normative documents.

REFERENCES

1. DSTU EN ISO 13688:2016. Odjag zahysnyj. Zagal'ni vymogy. Kyi'v : DP "UkrNDNC", 2016. 22 s.

2. DSTU EN ISO 11611:2016. Odjag zahysnyj dlja vykorystannja pid chas zvarjuvannja ta sumizhnyh procesiv. Kyi'v : DP "UkrNDNC", 2016. 22 s.
3. DSTU EN ISO 20471:2016. Odjag pidvyshhenoi' vydymosti. Metody vyprobuvannja ta vymogy. Kyi'v : DP "UkrNDNC", 2016. 22 s.
4. DSTU EN ISO 14116:2016. Odjag zahysnyj. Zahyst vid polum'ja. mate-rialy, pakety materialiv ta odjag, shho obmezhujuť poshyrennja polum'ja. Kyi'v : DP "UkrNDNC", 2016. 15 s.
5. DSTU EN 15614:2016. Odjag zahysnyj dlja pozhezhnykiv. Laboratorni metody vyprobuvannja ta tehniczni vymogy do odjagu dlja gasinnja pozhezh na terytorijah iz g'runtovo-roslynnym pokryvom. Kyi'v : DP "UkrNDNC", 2016. 22 s.
6. Tehnicznyj reglament zasobiv individual'nogo zahystu. URL : <http://zakon3.rada.gov.ua/laws/show/761-2008-%D0%BF>.
7. DSTU ISO 3758:2005. Materialy tekstyl'ni. Markuvannja symvolamy shhodo dogljadu. Kyi'v : Derzhspozhyvstandart Ukrai'ny, 2007. 15 s.
8. DSTU ISO 7000:2004. Grafichni symvoly, shho i'h vykorystovujut' na ustatkuvanni. Pokazhchyk ta ogljad. Kyi'v : Derzhspozhyvstandart Ukrai'ny, 2006. 235 s.
9. ISO 7000:2014 Graphical symbols for use on equipment – Registered symbols. URL : <https://www.iso.org/standard/65977.html>.
10. Pro zatverdzhennja moduliv ocinky vidpovidnosti, jaki vykorystovujut'sja dlja rozroblennja procedur ocinky vidpovidnosti, ta pravyl vykorystannja moduliv ocinky vidpovidnosti. URL : <http://zakon2.rada.gov.ua/laws/show/95-2016-%D0%BF>.

УДК 666.635.017

Олена ПАЛІЄНКО

ОЦІНКА МОРОЗОСТІЙКОСТІ КЕРАМІЧНОЇ ПЛИТКИ

Запропоновано методику дискретного виміру величини залишкового розширення керамічного черепка після циклічного заморожування й відтавання. Наведено зміни величини залишкового розширення плиток із різною пористою структурою залежно від тривалості їх випробування на морозостійкість.

Ключові слова: керамічний черепок, морозостійкість, дискретний вимір, водопоглинання, вологісне розширення.

Палиенко Е. Оценка морозостойкости керамической плитки. Предложена методика дискретного измерения остаточного расширения керамического черепка после циклического замораживания и оттаивания. Приведены изменения величины остаточного расширения плиток с различной пористой структурой в зависимости от продолжительности их испытания на морозостойкость.

Ключевые слова: керамический черепок, морозостойкость, дискретное измерение, водопоглощение, влажностное расширение.

Постановка проблеми. Існує багато різних причин руйнування пористих керамічних будівельних матеріалів під час експлуатації в атмосферних умовах. У своїх роботах А. С. Беркман, И. Г. Мельникова, I. H. Van der Velden, И. Л. Яновський, В. С. Радюхин довели, що головною з них є замерзання води в керамічних виробках за низьких температур [1–4]. Водночас виникають напруження розтягу, залежно від величини яких розміри плитки збільшуються унаслідок розширення керамічного черепка під дією льоду. При підвищенні температури вода перетворюється з твердого стану в рідкий, що викликає зняття напружень розтягу і призводить до пружного стиснення плитки. Однак до своїх початкових розмірів виробки переважно не повертаються [5]. Напруження розтягу, викликані утворенням льоду, можуть призводити до руйнування керамічного черепка, що обумовлює виникнення так званого залишкового розширення при заморожуванні. Відомо [6], що незворотні зміни пористої структури плиток, які використовують для облицювання фасадів будівель, призводять до руйнування виробів. У зв'язку з цим можна припустити, що зміна величини залишкового розширення після заморожування характеризуватиме ступінь руйнування структури плиток керамічних напівсухого пресування групи В₁ з водопоглинанням від 0.5 до 3 %.

Мета роботи – дослідження зміни лінійних розмірів керамічних плиток із різною пористою структурою під час випробування на морозостійкість.

Матеріали та методи. Визначення величини залишкового розширення після заморожування протягом одного циклу випробування зазвичай проводять дилатометричним способом, який потребує установки складної конструкції. Саме тому в роботі застосовано методику дискретного виміру величини залишкового розширення після циклічного заморожування й відтавання з використанням оптичного компаратора *Nikon V-12B*. Цей прилад застосовано для вимірювання відстані між реперними точками, які нанесено на поверхню плитки.

Керамічні плитки насичували водою при капілярному підсосі протягом 24, 48, 96, 192 год. Потім піддавали їх циклічному заморожуванню й відтаванню згідно з ДСТУ Б В.2.7-283:2011 "Плитки керамічні. Методи випробувань" [7]. Через кожні 25 циклів заморожування й відтавання проведено повторні вимірювання відстані між реперними точками.

Під час дослідження за цією методикою дані про величини залишкового розширення після заморожування й вологісного розширення черепка при його водонасиченні й циклічному заморожуванні та відтаванні накладаються один на другий. Саме тому враховано частку вологісного розширення при оцінці величини залишкового розширення після заморожування. Визначення величини вологісного розширення проведено за методикою, аналогічною методиці визна-

чення величини залишкового розширення при заморожуванні. Періодичність повторних замірів становила 24 год.

Для проведення дослідження використано неглазуровані плитки шихтового складу, зазначеного в *табл. 1*, із застосуванням каолінів Чубинського та Немильнянського родовищ [8]. Досліджувані керамічні плитки були приблизно з однаковим значенням водопоглинання й мали бездефектну структуру.

Таблиця 1

Шихтовий склад досліджувальних мас, %

Код маси	Матеріал					
	глина ВГТ	глина ДНПК-1	каолін чубинський	каолін немильнянський	нефіліновий-сієніт	перліт
1.1	15	10	30	30	10	5
2.1	15	15	25	23	15	7
3.1	20	15	20	25	15	5

Фізико-технічні характеристики готових виробів визначено згідно з ДСТУ Б В.2.7-283:2011 "Плитки керамічні. Методи випробувань" [7] і представлено в *табл. 2*.

Таблиця 2

Фізико-технічні властивості неглазурованих плиток

Код маси	Технологічні параметри		Показник			
	Тиск пресування, МПа	Температура випалу, °С	Водопоглинання, %	Межа міцності при згині, МПа	Вологісне розширення, %	Морозостійкість, цикл
1.1	17.5	1125	2.9	27.6	0.1	80
2.1	25.4	1110	2.5	28.5	0.22	75
3.1	37.8	1050	3.0	35.1	0.3	75

Результати дослідження. Результати вимірювання величини вологісного розширення статистично оброблено. У *табл. 3* наведено середнє значення величини відстані між реперними точками X , середнє квадратичне відхилення σ_x і коефіцієнт варіації V .

Таблиця 3

Зміна величини вологісного розширення керамічних плиток

Код маси	Час насичення, год											
	24			48			96			192		
	X	σ_x	V	X	σ_x	V	X	σ_x	V	X	σ_x	V
1.1	-0.025	0.005	20.0	-0.015	0.002	13.3	0.006	0.002	33.3	0.008	0.005	16.8
2.1	-0.042	0.010	23.8	-0.011	0.002	18.2	0.041	0.009	21.9	0.043	0.009	22.9
3.1	-0.064	0.021	32.8	-0.018	0.005	27.7	0.101	0.034	35.7	0.101	0.029	32.0

Характер зміни лінійних розмірів досліджених керамічних плиток при їх водонасиченні й подальшому заморожуванні та відтаванні представлено на *рис. 1* і *2*. Час безперервного водонасичення збігається з часом дії води в рідкій фазі при проведенні циклів заморожування й відтавання з точністю до 5 %. У початковий період насичення відбувається деяке стиснення плиток, а потім розширення. Причому величина вологісного розширення значно менше в плиток, отриманих при питомому тиску пресування 17.5 МПа і випалених за температури 1125 °С, ніж у плиток, отриманих при питомому тиску пресування 37.8 МПа і за температури випалу 1050 °С.

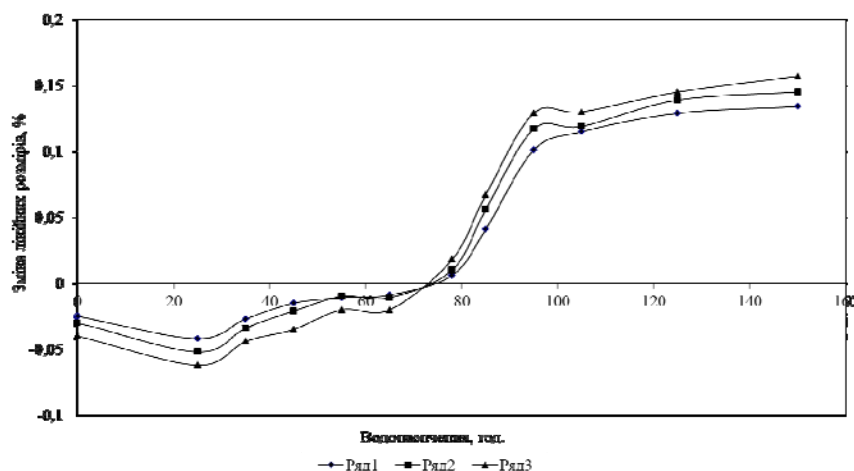


Рис. 1. Зміна лінійних розмірів водонасичених керамічних плиток, отриманих при питомому тиску, МПа, і за температури, °С: 1 – 17.5 і 1125; 2 – 25 і 1110; 3 – 37.8 і 1050

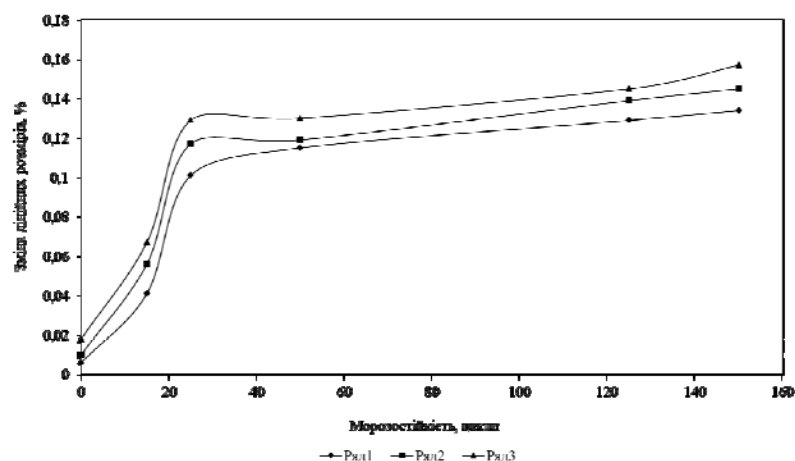


Рис. 2. Зміна лінійних розмірів при циклічному заморожуванні й відтаванні керамічних плиток, отриманих при питомому тиску, МПа, і за температури, °С: 1 – 17.5 і 1125; 2 – 25 і 1110; 3 – 37.8 і 1050

Відмінність показників вологісного розширення плиток пояснюється їх фазовим складом і пористою структурою. Криві залишкового розширення характеризують руйнування структури кераміки після певної кількості циклів заморожування і відтавання. Для плиток, відпресованих при питомому тиску пресування 2.5 МПа і випалених за температури 1130 °С, пориста структура характеризується широким інтервалом розподілу пор за розмірами з переважанням великих пор і капілярів і значним обсягом резервної пористості [5]. При фазовому перетворенні води в лід така пориста структура сприяє релаксації виникаючих у черепку насиченим водою напружень розтягу. Структура керамічних плиток при багаторазовому циклічному заморожуванні й відтаванні змінюється незначно, а виріб загалом характеризується підвищеною морозостійкістю. Зміна величини залишкового розширення після заморожування плиток з описаною вище пористою структурою незначна (рис. 3).

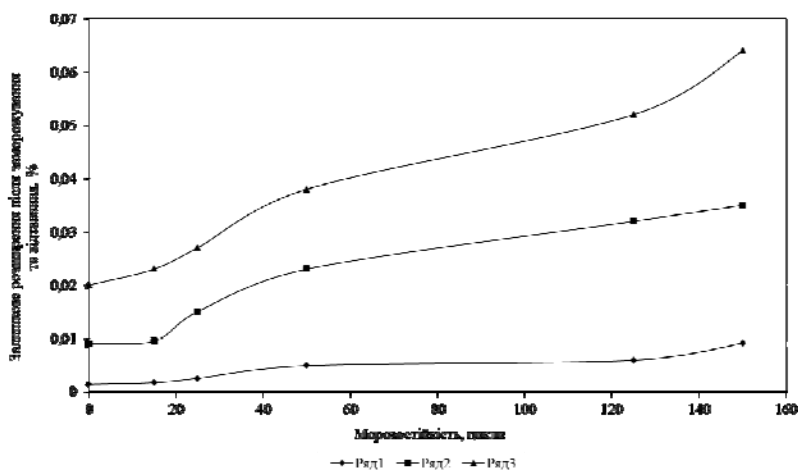


Рис. 3. Зміна величини залишкового розширення після заморожування і відтавання керамічних плиток, отриманих при питомому тиску, МПа, і температури, °С: 1 – 17.5 і 1125; 2 – 25 і 1110; 3 – 37.8 і 1050

Із підвищенням питомого тиску пресування й зниження температури випалювання керамічних плиток істотно змінюється їх пориста структура. Звужується інтервал розподілу пор за розмірами, в якому переважними стають дрібні пори й капіляри, змінюється об'єм резервної пористості [5]. Це призводить до значного збільшення величини напружень розтягу в структурі кераміки й швидкого її руйнування. Величина залишкового розширення після циклічного заморожування й відтавання різко зростає.

Висновки. Запропонована методика вимірювання величини вологісного й залишкового розширення після заморожування уможливорює оцінити внесок кожної складової в збільшення розміру плиток при циклічному заморожуванні й відтаванні.

Установлено, що стан вологісного розширення по абсолютній величині значно менший залишкового розширення після заморожування. У міру збільшення циклів заморожування й відтавання відмінність у показниках цих властивостей зростає. Підвищення температури випалу при зниженні питомого тиску пресування значно знижує залишкове розширення після заморожування, що приводить до зростання морозостійкості керамічних плиток, які використовують для облицювання фасадів будівель.

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. Беркман А. С., Мельникова И. Г. Структура и морозостойкость стеновых материалов. Ленинград : Госстройиздат, 1962. 30 с.
2. Van I. H., der Velden. Wasserabsorbtion von Bankeramik. Ziegel-industrie international. 2001. N 12. S. 704—714.
3. Яновский И. Л. Повышение морозостойкости кирпича и черепицы. Строительные материалы. 1997. № 7. С. 31.
4. Радюхин В. С. О влиянии пористо-капиллярной структуры литых глазурованных плиток на их морозостойкость. Исследования в области сырья и производства керамических изделий : сб. науч. тр. М. : ГНИИСК, 1997. Вып. 43. С. 133—143.
5. Гальперина М. К., Егерев В. М. Взаимосвязь пористо-капиллярной структуры и морозостойкости фасадных керамических плиток. Исследования в области производства изделий строительной керамики : сб. науч. тр. М. : ГНИИСК, 1984. Вып. 55. С. 5—15.
6. Коркин В. И., Солнышкина Т. Н. О влажностном расширении и цекоустойчивости плиток для внутренней облицовки стен. Исследования в области интенсификации технологических процессов, использования новых видов сырья и расширения ассортимента керамических изделий : сб. науч. тр. М. : ГНИИСК, 1992. С. 103—108.
7. ДСТУ Б В.2.7-283:2011. Плитки керамічні. Методи випробувань. Київ : НДБМВ, 2011. 66 с.
8. Палиенко Е. А. Изучение микроструктуры каолинов Чубинского и Немьлянского месторождений. Будівельні матеріали, вироби та санітарна техніка : наук.-техн. зб. Київ : Знання, 2014. Вип. 53. С. 109—114.

Стаття надійшла до редакції 23.11.2017.

Paliienko O. Frost resistance assessment of ceramic tiles.

Background. There are different points of view on the causes of the destruction of porous ceramic building materials in the process of operation in atmospheric conditions. Scientists dealing with this problem believe that the main cause of the destruction is the freezing of water in ceramic products at negative temperatures [1–4], with the appearance of strain pressure, depending on the size of which the tile increases in volume due to the expansion of the ceramic shingle under the action of ice.

In this regard, we assume that the change in the size of the residual expansion after freezing will, to some extent, characterize the destruction degree of the structure of ceramic tiles.

Material and methods. Unglazed tiles with approximately the same value of water absorption were taken for the study.

In the given work methods used discrete measurement value of the residual expansion after cyclical freezing and thawing of the optical comparator Nikon V-12B.

Results. The method of discrete measurement of the residual expansion of a ceramic potsherd after cyclic freezing and thawing is proposed. The character of the change in the size of the residual expansion of the tiles with different porous structure, depending on the duration of their frost resistant test, has been demonstrated.

Conclusion. The proposed method for measuring the values of moist expansion and residual expansion after freezing allows estimating the contribution of each component to increasing the size of the tiles during cyclic freezing and thawing.

It was established that the state of moist expansion in absolute value is much less than the residual expansion after freezing. As the freezing and thawing cycles increase, the difference in the values of these properties increases.

Increasing the temperature of the firing at the reduction of the specific pressure of pressing significantly reduces the residual expansion after freezing, which leads to increased frost resistance of ceramic tiles, which are used for revetting the facades of buildings.

Keywords: ceramic potsherd, frost resistance, discrete measurement, water absorption, humid expansion.

REFERENCES

1. *Berkman A. S., Mel'nykova Y. G.* Struktura y morozostojkost' stenovyih materyalov. Leningrad : Gosstrojzdat, 1962. 30 s.
2. *Van I. H., der Velden.* Wasserabsorbition von Bankeramik. Ziegel-industrie international. 2001. N 12. S. 704—714.
3. *Janovskij Y. L.* Povyshenye morozostojkosti kyrpycha y cherepycyi. Stroytel'nyie materyaly. 1997. № 7. С. 31.
4. *Radjuhyn V. S.* O vlyjanii porysto-kapyl'jarnoi struktury lytyih glazu-rovannyih plytok na y morozostojkost'. Yssledovaniya v oblasti syr'ja y proyzvodstva keramycheskyh yzdelyj : sb. nauch. tr. M. : GNYYSK, 1997. Vyp. 43. S. 133—143.
5. *Gal'peryna M. K., Egerev V. M.* Vzaymosvjaz' porysto-kapyl'jarnoi struktury y morozostojkosti fasadnyih keramycheskyh plytok. Yssledovaniya v oblasti proyzvodstva yzdelyj stroytel'noj keramyky : sb. nauch. tr. M. : GNYYSK, 1984. Vyp. 55. С. 5—15.
6. *Korkyn V. Y., Solnyshkyna T. N.* O vlazhnostnom rasshyrenii y cekou-stojchivosti plytok dlja vnutrennej oblycovki sten. Yssledovaniya v oblasti yntensyfikacii tehnologicheskikh processov, yspol'zovaniya novyih vydov syr'ja y rasshyreniya assortymenta keramycheskyh yzdelyj : sb. nauch. tr. M. : GNYYSK, 1992. S. 103—108.
7. DSTU B V.2.7-283:2011. Plytky keramichni. Metody vyprobuvan'. Kyi'v : NDIBMV, 2011. 66 s.
8. *Palyenko E. A.* Yzuchenye mikrostruktury kaolynov Chubynskogo y Nemyl'njanskogo mestorozhdenij. Budivel'ni materialy, vyroby ta sanitarna tehnika : nauk.-tehn. zb. Kyi'v : Znannja, 2014. Vyp. 53. S. 109—114.

ДОСЛІДЖЕННЯ ЯКОСТІ ХАРЧОВИХ ПРОДУКТІВ

УДК 639.381:639.231

**Олена СИДОРЕНКО,
Надія БОЛІЛА,
Світлана ШАПОВАЛ**

СПОЖИВНІ ВЛАСТИВОСТІ ЖИРУ АКУЛИ КАТРАН (*SQUALUS ACANTHIAS*)

*Наведено результати дослідження показників, що характеризують споживні властивості жиру акули катран (*Squalus acanthias*). Обґрунтовано доцільність виробництва та споживання жиру із печінки акули катран, визначено фактори формування та збереження якості. Досліджено й ідентифіковано основні жирні кислоти ліпідів акули. Проведено порівняльну характеристику фізичних показників жиру різних видів риб за умови низькотемпературного зберігання.*

Ключові слова: ліпіди, акула катран, споживні властивості, жирнокислотний склад, біологічна ефективність, в'язкість жиру, густина жиру.

*Сидоренко Е., Болила Н., Шаповал С. Потребительские свойства жира акулы катран (*Squalus acanthias*). Представлены результаты исследования показателей, характеризующих потребительские свойства жира акулы катран (*Squalus acanthias*). Обоснована целесообразность производства и потребления жира из печени акулы катран, определены факторы формирования и сохранения качества. Исследованы и идентифицированы основные жирные кислоты липидов акулы. Проведена сравнительная характеристика физических показателей жира различных видов рыб при низкотемпературном хранении.*

Ключевые слова: липиды, акула катран, потребительские свойства, жирнокислотный состав, биологическая эффективность, вязкость жира, плотность жира.

Постановка проблеми. Важливу роль у життєдіяльності людини має надходження до організму достатньої кількості ліпідів, що містять поліненасичені жирні кислоти (ПНЖК), які в організмі не синтезуються. Вони попереджають виникнення атеросклерозу, коронарних захворювань і стимулюють імунну систему. ПНЖК беруть участь

© Олена Сидоренко, Надія Боліла, Світлана Шаповал, 2017

у жировому й холестеринному обміні в організмі людини, а предстатники родини ω -3 (ейкозапентоєнова і докозогексаєнова кислоти) мають антихолестериногенну та антиліпогенну дію. Дефіцит ПНЖК родини ω -3 та ω -6 порушує обмінні процеси в організмі людини, що може спровокувати серйозні захворювання [1].

Джерелом надходження вкрай необхідних ПНЖК родини ω -3 та ω -6 є різноманітні види гідробіонтів, особливо жирної морської, океанічної риби та риб'ячого жиру з них. Це зумовлено тим, що дикі морські та океанічні риби в своєму раціоні мають різні види фіто- й зоопланктону. Риби, вирощені в аквакультурі, не мають такої високої біологічної ефективності ліпідів (особливо щодо вмісту жирних кислот родини ω -3 та ω -6) порівняно з дикими рибами, за умови відсутності збалансованих кормів.

Вивченню властивостей риб'ячого жиру та БАД на їх основі присвячено наукові роботи Ф. М. Ржавской, Т. К. Лебської, М. Penny Kris-Etherton та ін. [2–4].

За оцінками Продовольчої та сільськогосподарської організації ООН (ФАО) середньорічний показник світового споживання риби й рибопродуктів у 2016 р. становив 20.5 кг на особу на рік. Згідно з рекомендаціями МОЗ, раціональна норма споживання українцями риби й рибних продуктів становить приблизно 20 кг на особу на рік, проте в 2016 р. рівень споживання склав 10.1 кг, що вдвічі менше за встановлені норми [5].

Водночас ринок харчових продуктів України насичений імпортованою рибною сировиною, що не дає змоги ефективно використовувати вітчизняні запаси гідробіонтів, розвивати аква- та марикультуру, отримувати продукцію прогнозованого рівня якості.

Під впливом сучасних факторів відбувається зміна запасів багатьох традиційно промислових риб. Виникає потреба пошуку нових мало використовуваних видів морських гідробіонтів. Відповідно до проведеного нами моніторингу перспективною сировиною для харчової галузі може бути акула, яка має особливий біохімічний склад. Білки м'яса акул мають у своєму складі всі незамінні амінокислоти, а жир, отриманий із печінки, – ПНЖК (ω -3 та ω -6), жиророзчинні вітаміни [6]. Також міститься значна кількість мікро- й макроелементів.

Виллов акул катран у Чорному морі за останні роки зростає: у 2015 р. він становив 3 т, що на 175 % більше порівняно з 2014 р., а в 2016 р. – 7 т, що на 185.7 % більше порівняно з 2015 р. [7].

Згідно з оцінками науковців, попередній прогноз загального допустимого вилову акул катран у Чорному та Азовському морях – 125 т при запасі 1232 т [8, с. 19]. Інтенсивність вилову катрана за останні десять років становила лише 0.2–0.8 %, а ступінь використання ліміту – 2–8 % [9, с. 72].

Лімітуючим фактором щодо ефективного використання акул катран в харчових технологіях є відсутність сучасних системних досліджень з науково обґрунтованих технологій переробки та безпечності споживання акул катран різних розмірно-масових і вікових характеристик.

Комплексна й раціональна переробка сировини передбачає найбільш повне використання органів і тканин гідробіонтів, яке забезпечує отримання насамперед харчових продуктів, а також кормових, технічних і спеціального призначення. Технологія повинна передбачати виділення цінних компонентів і найбільш повне збереження їх властивостей [10].

Наразі асортимент біологічно активних добавок на основі риб'ячого жиру постійно розширюється за рахунок закордонних виробників, хоча в Україні є достатньо сировинних ресурсів для виробництва високоцінного риб'ячого жиру.

Одним із способів отримання жиру з печінки риб є процес витоплення, який включає обробку сировини за високих температур, що суттєво знижує біологічну цінність жиру. Отже, важливим завданням є розроблення ресурсозберігаючої технології отримання жиру з печінки акул катран з максимально можливим збереженням його нативних властивостей.

Мета роботи – визначення факторів формування й збереження споживних властивостей жиру акул катран (*Squalus acanthias*).

Матеріали та методи. Об'єкт дослідження – жир із печінки різних особин акул катран віком 15–17 років і масою 8.6–10.4 кг, виловлених у Чорному морі поблизу о. Зміїний в осінньо-зимовий період (листопад – лютий 2015 р.).

Технологія отримання жиру з печінки акул катран передбачала застосування розробленого нами методу холодного пресування з додаванням кухонної солі для максимального збереження нативних властивостей упродовж гарантованого терміну зберігання, без застосування термічної обробки відповідно до обґрунтованої та запатентованої нами технології [11].

Із метою визначення раціональних умов зберігання одну партію жиру заклали на зберігання за температури $2\pm 1^\circ\text{C}$ (охолодження – зразок 1), другу партію – за температури $-18\pm 1^\circ\text{C}$ (низькотемпературне зберігання – зразок 2). Упаковкою для зберігання обрано тару з темного скла ємністю 100 см^3 .

Відбір проб для досліджень проведено згідно з ГОСТ 7631–2008 [12].

З метою порівняння структурно-механічних характеристик жиру акул катран в аптечній мережі придбано зразки жиру тріски (зразок 3) і лосося (зразок 4).

Для визначення жирнокислотного складу ліпідів із печінки акул катран застосовано метод газової хроматографії. Для цього

отримано чисті метилові ефіри жирних кислот (МЕЖК), які ідентифіковано на хроматографі HRGC 5300 за часом утримання піків порівняно зі стандартною сумішшю. Розрахунок складу метилових ефірів проведено методом внутрішньої нормалізації [13].

Одним із критеріїв оцінки ідентичності жиру акул катран є визначення його реологічних показників порівняно з іншими видами риб. Абсолютну, кінетичну в'язкість і густину жиру визначено на вимірювальному модулі "Реологія" багатofункціонального модульного пристрою "МІГ-1.3" [14].

Математико-статистичну обробку результатів проведено на ЕОМ у середовищі MS Excel.

Результати дослідження. Перший етап експериментальних досліджень передбачав визначення масового складу різновікових особин акул катран з метою встановлення потенційної кількості сировини для ефективного виробництва жиру із печінки акул (табл. 1).

Таблиця 1

Масовий склад акул катран (*Squalus acanthias*)*, % [13]

$n = 5; p \geq 0.95$

Частина тіла акул катран	Масовий склад
М'язева частина	40.1 ± 1.87
Печінка	16.0 ± 0.71
Голова	17.3 ± 0.84
Нутрощі	16.4 ± 0.75
Плавці	5.0 ± 0.21
Хрящі	4.0 ± 0.17

*Віком 15–17 років, масою 8.6–10.4 кг.

За результатами дослідження встановлено, що доцільно й ефективно використовувати особин віком 15–17 років, масою 8.6–10.4 кг, у яких печінка становить шосту частину загальної маси тіла (до 16 %). Додатково визначено, що масова частка жиру становила майже 70 % маси печінки.

Рідка фракція жиру, вилучена з печінки чорноморської акул катран, має такі органолептичні властивості: прозора рідина насиченого жовтого кольору; смак характерний, без ознак окиснення.

З фізико-хімічних показників якості жиру одним із основних щодо придатності його для харчових цілей є кислотне число (не більше 4.0 мг КОН/г). Відповідно, кислотне число жиру з печінки акул катран при низькотемпературному зберіганні становило 1.17 мг КОН/г, при охолодженні – 1.34 мг КОН/г. Досліджуваний продукт відповідає встановленим вимогам до вмісту вільних жирних кислот жиру, наявність яких пояснюється насамперед протіканням гідролітичного процесу –

розщеплення молекул тригліцеридів. Накопичення в жирі вільних жирних кислот свідчить про зниження його якості.

Із метою визначення біологічної ефективності ліпідів чорноморської акули катран досліджено й ідентифіковано основні жирні кислоти в їхньому складі. Встановлено, що вміст ненасичених жирних кислот перевищує вміст насичених. Найбільше міститься олеїнової кислоти (майже 27%), відмічено високий вміст докозагексанової кислоти (14.4%), а також значну кількість ПНЖК, а саме: докозогексаєнової (13.5%), пальмітолеїнової (8.2%) і ейкозапентоєнової (5.3%) від загального вмісту жирних кислот.

Оцінку біологічної ефективності жиру акули катран (табл. 2) здійснено за розрахованими показниками порівнянням його з гіпотетичним ідеальним жиром [6].

Таблиця 2

Біологічна ефективність жиру акули катран

Співвідношення	Жир із печінки акули катран	Ідеальний жир
МНЖК:ПНЖК:НЖК	1:0.8:0.52	1:1:1
ПНЖК:НЖК	0.52	0.2–0.4
C _{18:2} :C _{18:1}	0.11	>0.25
C _{18:2} :C _{18:3}	4.98	>7.0
w-6 : w-3	0.25:1	10:1

Примітка: C_{18:1} – олеїнова кислота; C_{18:2} – лінолева кислота; C_{18:3} – ліноленова кислота.

Жирнокислотний склад ліпідів акули катран характеризується раціональним співвідношенням мононенасичених, поліненасичених і насичених жирних кислот, сумарна частка яких наближається до рекомендованого рівня. Співвідношення ПНЖК C_{18:2}:C_{18:3} в жирі печінки акули становить 4.98:1 і дуже близьке до оптимальної величини 5:1, що свідчить про його високу біологічну ефективність. Суму ПНЖК у ліпідах акули катран представлено переважно докозогексаєновою (C_{22:6}), ейкозапентаєновою (C_{20:5}) і лінолевою (C_{18:2}) кислотами.

Серед насичених жирних кислот найбільшу кількість становить пальмітинова (C_{16:0}), яка приймає участь у біосинтетичних процесах в організмі людини.

Із метою порівняння споживних властивостей жиру з печінки акули катран з іншими видами риб проведено оцінку їх структурно-механічних показників (табл. 3).

В'язкість – явище внутрішнього тертя, властивість рідин чинити опір переміщенню одного молекулярного шару іншому. Швидкість руху молекулярних шарів ліпідів залежить від внутрішньої енергії самих молекул. Оскільки температура є мірою середньої кінетичної

енергії руху молекул, динамічна та кінематична в'язкість залежать також від температури, що й продемонстровано на зразках 1 і 2. При збільшенні температури отримуємо зменшення в'язкості рідини, зменшення густини, коефіцієнта поверхневого натягу та збільшення об'єму жиру.

Таблиця 3

Порівняльна оцінка структурно-механічних показників жиру акул катран і риб

Показник	Жир із печінки			Жир із тіла
	акул катран		тріскових риб	лососевих риб
	(зразок 1)	(зразок 2)	(зразок 3)	(зразок 4)
Динамічна в'язкість, Па·с	1.567	1.220	1.216	1.245
Кінематична в'язкість, кг/с·м	0.00179	0.00139	0.00137	0.00141
Густина, кг/м ³	875.45	871.16	890.09	885.03

Треба зауважити, що значення динамічної в'язкості, поряд з кінематичною, для жиру з печінки акул катран низькотемпературного зберігання (зразок 2) лежить в межах промислово отриманих жирів з печінки тріски й лососевих (зразок 3 та 4).

Отже, досліджуваний жир із печінки акул катран (зразок 1 і 2) має показник густини, що перебуває в межах числових значень для жиру 860–890 кг/м³. Проведені дослідження вказують на можливість зберігання за визначених умов жиру з печінки акул катран, оскільки густина жирів характеризує склад жирних кислот, що входять до молекули тригліцериду. Густина жирів зменшується зі збільшенням молекулярної маси жирних кислот і збільшується з підвищенням ступеня їх ненасиченості. Густина також є ознакою доброякісності жирів. При збільшенні вмісту вільних жирних кислот густина жирів знижується. Наявність фосфатидів і продуктів окиснення підвищують цей показник.

Проведені дослідження свідчать про можливість об'єктивної оцінки ступеня збереження споживної цінності жиру з печінки акул катран за визначених умов зберігання із застосуванням комплексу структурно-механічних показників.

Висновки. Ефективність використання жиру акул катран підтверджується дослідженням масового складу: вихід печінки з особин віком 15–17 років і масою 8.6–10.4 кг становить до 16 %, дві третини якої складає жир.

Споживні властивості жиру акул катран характеризуються оптимальним співвідношенням жирних кислот у його складі впродовж рекомендованих умов зберігання.

Біологічна ефективність жиру акули катран, отриманого із застосуванням методу холодного пресування, висока за рахунок збалансованого вмісту ненасичених жирних кислот. Установлено, що ПНЖК у ліпідах акули катран представлено переважно цінними докозогексаєною, ейкозапентоєною та лінолевою кислотами.

Доведено, що структурно-механічні показники (в'язкість і густина) жиру з печінки акули катран вказують на можливість збереження споживної цінності продукту за визначених умов.

Жир чорноморської акули катран потенційно є цінною сировиною для виробництва якісних і безпечних харчових продуктів з метою збалансування харчового статусу населення України.

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. Мазаракі А. А., Лебська Т. К., Сидоренко О. В. та ін. Інноваційні технології переробки риби : монографія. Київ : Київ. нац. торг.-екон. ун-т, 2014. 431 с.
2. Ржавская М. Ф. Жиры рыб и морских млекопитающих. Промысловая пром-сть, 1976. 470 с.
3. Лебская Т., Григорьева Л., Карповец П. Особенности химического состава и перспективы использования диетической добавки "Скварин". Міжнар. наук.-практ. журн. "Товари і ринки". 2010. № 1. С. 67—73.
4. Penny M. Kris-Etherton, William S. Harris, Lawrence J. Appel. Fish Consumption. Fish Oil. Omega-3 Fatty Acids and Cardiovascular Disease. Circulation. 2002. Nov. 19 (21). P. 2747—2757. DOI: 10.1161/01.CIR.0000038493.65177.94.
5. Споживання риби та рибопродуктів в Україні. Економічний дискусійний клуб. 2017. URL : <http://edclub.com.ua/analityka/spozhyvannya-ryby-ta-ryboproduktiv-v-ukrayini-shcho-bulo-shcho-ye-shcho-bude>.
6. Боліла Н. О., Сидоренко О. В., Коротецький В. П. Біологічна ефективність ліпідів чорноморської акули катран : наук. зб. "Інтегроване управління водними ресурсами". 2014. № 2. С. 207—213.
7. Сайт Державної служби статистики України. URL : <http://www.ukrstat.gov.ua>.
8. Петренко О. А. Отчет о научной деятельности ЮгНИРО за 2015 год. Керчь. 2015. 99 с.
9. Єремєєв В. М., Гаєвська А. В., Шульман Г. Є., Загородня Ю. А. Промислові біоресурси Чорного та Азовського морів. Севастополь : ЕКОСІ-Гідрофізика, 2011. 367 с.
10. Технологія комплексної переробки гідробіонтів. 2013. URL : <http://ukrdoc.com.ua/text/16230/index-7.html>.
11. Боліла Н. О., Сидоренко О. В., Коротецький В. П. Оцінка споживних властивостей чорноморської акули катран з метою використання в харчовій промисловості : зб. статей наук.-практ. конф. "Вода: проблеми та шляхи вирішення" (5—8 лип. 2017, м. Рівне). Житомир : Вид-во ЕЦ "Укрекобіокон", 2017. С. 20—24.

12. ГОСТ 7636–85. Рыба, морские млекопитающие, морские беспозвоночные и продукты их переработки. Методы анализа. М. : Изд-во стандартов, 1985. 138 с.
13. *Christie W. W.* Lipid analysis. Oxford. New York : Pergamon Press, 1991. 418 p.
14. *Шаповал С. Л., Романенко Р. П., Форостяна Н. П.* Діагностика фізичних властивостей харчових продуктів. Київ : Київ. нац. торг.-екон. ун-т. 2017. 192 с.

Стаття надійшла до редакції 23.11.2017.

*Sydorenko O., Bolila N., Shapoval S. Consumer properties of dogfish liver oil (*Squalus acanthias*).*

Background. Ukrainian market of food products is saturated with imported fish raw material that prevents effective use of domestic hydrobionts' reserves and this doesn't allow to develop aquatic and mariculture. Reserves of Dogfish in Ukrainian waters are not used effectively.

It is important to elaborate a resource-saving method for obtaining oil from the liver of dogfish with maximum preservation of its nutritional properties for mass health nutrition.

Improving the methods for evaluating the structural and mechanical properties of edible fats allows to compare more objectively the fats' properties of different consistency and determine the rational conditions for their storage.

The aim of this work is to determine the factors of formation and preservation of the properties of dogfish liver oil (*Squalus acanthias*).

Material and methods. The object of the study is the oil from the liver of dogfish (aged 15–17 years old, weighing 8.6–10.4 kg), caught in the Black Sea near the island Zmiinyi in the autumn-winter period (November – February 2015). Extraction of oil from the liver was carried out by the method of cold pressing with the addition of salt, without the use of heat treatment [11].

In order to determine rational conditions for storage one part of oil was laid in storage at a temperature of 2 ± 1 °C (cooling – sample 1), the second batch was laid in at a temperature of -18 ± 1 °C (low-temperature storage – sample 2).

Containers from dark glass with capacity of 100 cm³ was selected for storage.

Sampling for research was conducted in accordance with GOST 7631-2008 [12].

In order to compare the structural and mechanical characteristics of shark oil samples of cod liver oil (sample 3) and salmon (sample 4) were purchased in a pharmacy.

The fatty acid composition of the oil from the dogfish liver was determined by the method of gas chromatography [13].

Rheological parameters such as absolute, kinetic viscosity and density of dogfish liver oil were determined using the measuring module "Rheology" with the multifunctional device "MIG-1.3" [14].

Results. The liver is 16 % of the total body weight of the dogfish and the mass fraction of oil is almost 70 % of the liver's mass.

The received liquid fraction of oil from the Black Sea dogfish liver has such organoleptic properties: clear liquid of intense yellow color; typical taste without signs of oxidation.

It has been determined that lipids of dogfish liver contain significant amount of unsaturated fatty acids: olein (24.3 %), docosahexaenoic (13.5 %), palmitolein (8.2 %) and eicosapentaenoic (5.3 %).

The value of dynamic and kinematic viscosity for dogfish liver oil stored at low-temperature (sample 2) is within the limits of commercially obtained oils from the cod and salmon liver (samples 3 and 4).

Density index of dogfish liver oil (samples 1 and 2) is within the numerical values for fat 860–890 kg / m³, that is a sign of the quality of fats.

Conclusion. Efficiency of the use of dogfish liver oil is confirmed by the research of mass composition: the output of the liver from individuals aged 15–17 years and weighing 8.6–10.4 kg is up to 16 %, two thirds of which is oil.

The biological efficiency of the dogfish liver oil obtained by the cold pressing method is high due to the balanced content of unsaturated fatty acids. It has been found that PUFAs in dogfish lipids are represented predominantly by the valuable docosahexaenoic, eicosalenotene and linoleic acids.

It has been proved that the structural and mechanical parameters (viscosity and density) of dogfish liver oil indicate the possibility of preserving the consumer value of the product under certain conditions.

Liver oil from the Black Sea dogfish is potentially a valuable raw material for the production of quality and safe food products in order to balance the nutritional status of the Ukrainian population.

Keywords: fatty acid composition, dogfish, biological efficiency of lipids, fat viscosity, fat density.

REFERENCES

1. Mazaraki A. A., Lebs'ka T. K., Sydorenko O. V. ta in. Innovacijni tehnologii' pererobky ryby : monografija. Kyi'v : Kyi'v. nac. torg.-ekon. un-t, 2014. 431 s.
2. Rzhavskaja M. F. Zhyryy ryyb y morskyyh mlekokopytajushhyh. Promyyslovaja prom-st', 1976. 470 s.
3. Lebskaja T., Grygor'eva L., Karpovec P. Osobennosty hymycheskogo sostava y perspektyvy yspol'zovanyja dyetycheskoj dobavky "Skvamaryn". Mizhnar. nauk.-prakt. zhurn. "Tovary i rynky". 2010. № 1. S. 67—73.
4. Penny M. Kris-Etherton, William S. Harris, Lawrence J. Appel. Fish Consumption. Fish Oil. Omega-3 Fatty Acids and Cardiovascular Disease. Circulation. 2002. Nov. 19 (21). P. 2747—2757. DOI: 10.1161/ 01.CIR.0000038493.65177.94
5. Spozhyvannja ryby ta ryboproduktiv v Ukrai'ni. Ekonomichnyj dyskusijnyj klub. 2017. URL : <http://edclub.com.ua/analitika/spozhyvannja-ryby-ta-ryboproduktiv-v-ukrayini-shcho-bulo-shcho-ye-shcho-bude>.
6. Bolila N. O., Sydorenko O. V., Korotec'kyj V. P. Biologichna efektyv-nist' lipidiv chornomors'koi' akuly katran : nauk. zb. "Integrovane upravlinnja vodnymy resursamy". 2014. № 2. S. 207—213.
7. Sajt Derzhavnoi' sluzhby statystyky Ukrai'ny. URL : <http://www.ukrstat.gov.ua>.
8. Petrenko O. A. Otchet o nauchnoj dejatel'nosti JugNYRO za 2015 god. Kerch'. 2015. 99 s.
9. Jeremjejev V. M., Gajevs'ka A. V., Shul'man G. Je., Zagorodnja Ju. A. Promyslovi bioresursy Chornogo ta Azovs'kogo moriv. Sevastopol' : EKOSI-Gidrofizyka, 2011. 367 s.
10. Tehnologija kompleksnoi' pererobky gidrobiontiv. 2013. URL : <http://ukrdoc.com.ua/text/16230/index-7.html>.
11. Bolila N. O., Sydorenko O. V., Korotec'kyj V. P. Ocinka spozhyvnyh vlastyvostej chornomors'koi' akuly katran z metoju vykorystannja v harchovij promyslovosti : zb. statej nauk.-prakt. konf. "Voda: problemy ta shljahy vyrishennja" (5—8 lyp. 2017, m. Rivne). Zhytomyr : Vyd-vo EC "Ukrekobiokon", 2017. S. 20—24.
12. GOST 7636–85. Ryyba, morskyye mlekokopytajushhye, morskyye bespozvo-nochnyye y produkty yh pererabotky. Metodyy analiza. M. : Yzd-vo standartov, 1985. 138 s.
13. Christie W. W. Lipid analysis. Oxford. New York : Pergamon Press, 1991. 418 p.
14. Shapoval S. L., Romanenko R. P., Forostjana N. P. Diagnostyka fizychnykh vlastyvostej harchovykh produktiv. Kyi'v : Kyi'v. nac. torg.-ekon. un-t. 2017. 192 s.

Юлія МОТУЗКА

ХАРЧОВА ТА ЕНЕРГЕТИЧНА ЦІННІСТЬ ПРОДУКТІВ ДЛЯ СПЕЦІАЛЬНИХ МЕДИЧНИХ ЦІЛЕЙ

Досліджено харчову цінність розроблених продуктів для ентерального харчування, призначених для осіб з певними захворюваннями. Здійснено розрахунок енергетичної цінності таких продуктів для визначення ступеня задоволення споживачів у основних макронутрієнтах.

Ключові слова: продукти для ентерального харчування, харчова цінність, енергетична цінність, нутрієнт, білки, жири, вуглеводи.

Мотузка Ю. Пищевая и энергетическая ценность продуктов для специальных медицинских целей. Проведены исследования пищевой ценности разработанных продуктов для энтерального питания, предназначенных для лиц с определенными заболеваниями. Проведен расчет энергетической ценности таких продуктов для определения степени удовлетворения потребителей в основных макронутриентах.

Ключевые слова: продукты для энтерального питания, пищевая ценность, энергетическая ценность, нутриент, белки, жиры, углеводы.

Постановка проблеми. Широке застосування в медичних закладах продуктів для ентерального харчування засвідчило їх високу ефективність у лікуванні пацієнтів з травмами, опіками, діабетом, при печінковій, нирковій і серцевій недостатності, в онкології та при інших патологічних станах. В основу створення сучасних поживних сумішей для ентерального харчування покладена теорія збалансованого харчування на базі фізіологічних потреб у харчових речовинах і енергії здорової людини, але з урахуванням особливостей патогенезу, клінічного перебігу, стадії хвороби, рівня і характеру метаболічних порушень, функціонального стану шлунково-кишкового тракту (ШКТ), впливу певних нутрієнтів на інтенсивність обмінних процесів. Зокрема, такі поживні речовини, як аргінін, глутамін, омега-3 жирні кислоти та інші, мають специфічні властивості й включені до складу сучасних спеціалізованих поживних сумішей спрямованої дії.

Головними вимогами до продуктів для ентерального харчування є забезпечення добової потреби організму в основних поживних речовинах, енергії, вітамінах, мікро- та мікроелементах. Зазвичай такі продукти містять усі необхідні макро- й мікронутрієнти та вітаміни відповідно до рекомендованих добових потреб організму при різних

патологічних станах і призначаються для корекції або попередження білково-енергетичної недостатності практично в усіх ситуаціях, коли природне харчування є неможливим або недостатнім. Використання продуктів спеціального дієтичного споживання передбачено при збереженні функцій ШКТ або їх відновленні та при переході від парентерального до звичайного харчування.

Останніми роками затребуваність ентерального лікувального харчування помітно зростає, особливо враховуючи підвищений рівень захворюваності в Україні на неінфекційні хвороби, велику кількість поранених і травмованих через військові дії на Сході країни. На ринку України представлено продукти для ентерального харчування переважно зарубіжного виробництва, а вітчизняні наявні в досить обмеженому асортименті.

Значний внесок у розробку наукових принципів і підходів до харчування хворих, створення вимог до складу продуктів для ентерального харчування зробили вчені А. В. Беляєв, І. Н. Лейдерман, В. М. Луфт, Т. С. Попова, І. Є. Хорошилов, D. Schroeder, D. K. Heyland, A. Griffiths, P. Grasdalen та ін. [1–9].

Мета роботи – дослідження харчової цінності розроблених продуктів для ентерального харчування та розрахунок їх енергетичної цінності.

Матеріали та методи. Об'єкти дослідження – розроблені продукти для ентерального харчування серії *Vitalprod*, призначені для хворих з певними захворюваннями, зокрема:

- *Vitalprod-Combi* – для хворих у критичних станах;
- *Vitalprod-Diabet* – для людей з порушеною толерантністю до глюкози;
- *Vitalprod-Forte* – для хворих з онкологічними захворюваннями;
- *Vitalprod-Renal* – для хворих з нирковою недостатністю.

Продукти представлено в різних товарних формах: у вигляді сухих розчинних продуктів, драгледодібних і сухих сумішей для виготовлення пудингів.

Як контрольні зразки обрано:

- для сухих розчинних продуктів – продукт *Resource Optimum* (виробництва компанії Nestle, Швейцарія) – контроль 1; "Реабілакт" (вітчизняного виробництва ТОВ "ДелМас") – контроль 2;
- для драгледодібних продуктів – "Гематоген" (виробництва ПП "Осіріс", Україна, м. Дніпро);
- для сухих сумішей для виготовлення пудингу – "Пудинг з ванільним смаком" виробництва Dr. Oetker GmbH, Німеччина.

Масову частку загального білка визначено за вмістом азоту методом К'ельдаля за ГОСТ 30648.2–99 [10], ліпідів – екстракційно-ваговим методом на апараті Сокслета за ГОСТ 15113.9–77 [11], вуглеводів – методом Бертрана [12].

Результати дослідження. Адекватне забезпечення потрібної кількості втрачених унаслідок порушення метаболічних процесів в організмі людини поживних речовин зумовлює необхідність їх компенсації за рахунок створення збалансованих за складом продуктів для ентєрального харчування.

Відповідність харчової цінності розроблених продуктів потребам цільового сегмента споживачів визначено за вмістом основних нутрієнтів – білків, ліпідів, вуглеводів (табл. 1).

Таблиця 1

Вміст нутрієнтів у продуктах для ентєрального харчування

 $P \geq 0.95; n = 15$

Продукт	Нутрієнти, %		
	білки	ліпіди	вуглеводи
<i>Сухі розчинні продукти</i>			
Контроль 1	18.49 ± 0.25	17.54 ± 0.15	53.22 ± 0.31
Контроль 2	25.11 ± 0.26	16.38 ± 0.12	54.68 ± 0.44
Vitalprod-Combi	24.30 ± 0.15	17.32 ± 0.22	52.74 ± 0.22
Vitalprod-Diabet	34.94 ± 0.10	20.38 ± 0.31	32.74 ± 0.12
Vitalprod-Forte	24.74 ± 0.12	18.10 ± 0.34	55.62 ± 0.21
Vitalprod-Renal	18.92 ± 0.24	19.13 ± 0.10	54.60 ± 0.11
<i>Драгелєподібні продукти</i>			
Контроль	5.70 ± 0.32	0.05 ± 0.01	43.50 ± 0.26
Vitalprod-Combi gel	13.52 ± 0.16	7.50 ± 0.22	22.34 ± 0.24
Vitalprod-Diabet gel	16.01 ± 0.10	9.02 ± 0.17	14.82 ± 0.09
Vitalprod-Forte gel	14.50 ± 0.31	8.60 ± 0.12	23.32 ± 0.42
Vitalprod-Renal gel	12.00 ± 0.26	9.61 ± 0.21	22.63 ± 0.20
<i>Суміші сухі для виготовлення пудингу</i>			
Контроль	0.40 ± 0.03	0.10 ± 0.02	86.90 ± 0.28
Vitalprod-Combi Pudding	22.11 ± 0.10	15.02 ± 0.10	52.50 ± 0.22
Vitalprod-Diabet Pudding	33.82 ± 0.15	19.20 ± 0.20	36.61 ± 0.11
Vitalprod-Forte Pudding	32.44 ± 0.41	22.81 ± 0.16	34.72 ± 0.19
Vitalprod-Renal Pudding	18.50 ± 0.12	12.02 ± 0.09	54.10 ± 0.31
<i>Готові пудинги</i>			
Контроль	3.70 ± 0.03	3.91 ± 0.02	91.40 ± 0.28
Vitalprod-Combi Pudding	25.42 ± 0.10	18.72 ± 0.10	54.31 ± 0.22
Vitalprod-Diabet Pudding	37.3 ± 0.15	22.80 ± 0.20	39.12 ± 0.11
Vitalprod-Forte Pudding	32.40 ± 0.41	25.42 ± 0.16	39.22 ± 0.19
Vitalprod-Renal Pudding	21.70 ± 0.12	15.80 ± 0.09	58.50 ± 0.31

За отриманими результатами можна зробити висновок: усі досліджувані продукти для ентєрального харчування мають високий вміст білка, що є необхідною умовою при розробці продуктів, призначених для людей з певними захворюваннями. Зокрема, у хворих у критичних станах потреба в білку збільшується майже в 2 рази порівняно з потребою здорової людини й коливається в межах 1–2 г/кг/добу. Згідно з даними деяких науковців, потреба становить 1.5–2.0, інших – 1.5 г/кг/добу, оскільки перевищення цього порогу не супроводжується покращенням азотистого балансу. Білки сприяють

відновленню втрат протеїнів, забезпеченню організму пластичним матеріалом. Зокрема, вміст білків у сухих розчинних продуктах перебуває на рівні 19–35 %, що є вищим порівняно з контрольними зразками 1 і 2. У драглеподібних продуктах розроблені зразки за вмістом білка перевищують контроль у 2.1–2.8 рази. Контрольна суміш для виготовлення пудингу майже не містить білкової складової (0.4 %), а розроблені аналогічні продукти на противагу містять білка в 46–84 рази більше. У готових до споживання пудингах вміст білка підвищено в 6–10 разів за рахунок додавання молока.

У складі сухих розчинних продуктів для ентерального харчування вміст ліпідів перебуває на рівні 17–20 %, що узгоджується з їх вмістом у контрольних зразках. У драглеподібних продуктах міститься 7.50–9.61 % ліпідів на противагу контролю, який майже не містить ліпідної складової. Досліджувані суміші для пудингу та готові продукти є достатньо збалансованими і суттєво переважають за вмістом ліпідів контрольні зразки.

Щодо вуглеводів, то досліджувані зразки сухих розчинних продуктів перебувають майже на одному рівні з контрольними. Виключення становить продукт *Vitalprod-Diabet*, який містить на 20–23 % менше вуглеводів, що зумовлено цілеспрямованим проектуванням складу продукту, враховуючи його направленість на задоволення потреб осіб з обмеженою толерантністю до глюкози. У зв'язку з цим до складу цього продукту внесено, крім фруктози, ще й еритритол, масова частка якого становить 10.0 %.

У драглеподібних продуктах і пудингах для ентерального харчування контрольні зразки в 1.5–3 рази перевищують за вмістом вуглеводів досліджувані продукти, що зумовлено рецептурним складом і значним переважанням у їх складі вуглеводів.

Завдяки одержаним даним розраховано енергетичну цінність продуктів ентерального харчування і відсоткові частки їхніх основних нутрієнтів (табл. 2).

Після отриманих результатів можна стверджувати, що всі досліджувані продукти в різних товарних формах мають дещо вищу калорійність порівняно з контрольними зразками. Задоволення енергетичних потреб при споживанні розроблених сухих розчинних продуктів на 16.3–30.9 % відбувається за рахунок використання білка концентрату молочної сироватки, соєвого ізоляту, амінокислот; 33.3–40.0 % – за рахунок екстракту омега-3 жирних кислот; 29.1–47.1 % – за рахунок вуглеводів (глюкози, фруктози, мальтодекстринів, інуліну, рослинних екстрактів тощо). У драглеподібних харчових продуктах і готових пудингах прослідковується аналогічна тенденція. Водночас задоволення енергетичних потреб при споживанні контрольних продуктів відбувається за рахунок вуглеводної складової (88 % у драглеподібних продуктах і 99 % у сухих сумішах для виготовлення пудингу). Варто

вказати, що відсоткові частки основних макронутрієнтів у загальній енергетичній цінності дослідних продуктів відповідають вимогам, рекомендованим провідними фахівцями в галузі нутриціології [1; 4; 13].

Таблиця 2

**Енергетична цінність і частка основних нутрієнтів
у продуктах для ентерального харчування**

Продукт	Енергетична цінність, ккал	Частка нутрієнтів у загальній енергетичній цінності, %		
		білки	ліпіди	вуглеводи
<i>Суші розчинні продукти</i>				
Контроль 1	461.4	16.0	34.8	49.2
Контроль 2	466.8	21.5	31.7	46.8
Vitaleat-Combi	476.8	20.9	33.7	45.4
Vitalprod-Diabet	462.9	30.9	40.0	29.1
Vitalprod-Forte	494.2	20.5	33.3	46.2
Vitalprod-Renal	475.1	16.3	36.6	47.1
<i>Драгеліподібні продукти</i>				
Контроль	200.2	11.8	0.2	88.0
Vitalprod-Combi gel	215.0	25.7	31.7	42.3
Vitalprod-Diabet gel	209.0	31.4	39.2	29.4
Vitalprod-Forte gel	233.6	25.4	33.7	40.9
Vitalprod-Renal gel	229.6	21.4	38.3	40.3
<i>Суміші суші для виготовлення пудингу</i>				
Контроль	349.0	0.5	0.3	99.2
Vitalprod-Combi Pudding	442.4	21.0	30.5	48.5
Vitalprod-Diabet Pudding	463.0	30.0	37.6	32.4
Vitalprod-Forte Pudding	482.7	27.6	42.9	29.5
Vitalprod-Renal Pudding	407.0	18.6	26.9	54.5
<i>Готові пудинги</i>				
Контроль	425.4	3.6	8.4	88.0
Vitalprod-Combi Pudding	496.9	21.0	34.2	44.8
Vitalprod-Diabet Pudding	519.5	29.2	39.9	30.9
Vitalprod-Forte Pudding	524.9	25.3	44.1	30.6
Vitalprod-Renal Pudding	472.5	18.8	30.4	50.8

Отже, розроблені продукти для ентерального харчування мають високу енергетичну цінність, що відповідає потребам цільової категорії споживачів. Вміст концентрату з молочного білка в продуктах підвищує біологічну й поживну цінність, сприяє легкому засвоєнню білкової складової та продукту в цілому. Наявність у продуктах екстракту омега-3 жирних кислот підвищує засвоюваність в ШКТ, дає змогу призначати їх на ранніх стадіях після операцій, при обмеженому засвоєнні жирів у хворих з порушеннями функції травної системи. Вуглеводна складова у вигляді суміші мальтодекстринів з певним співвідношенням моноцукрів забезпечує фізіологічну осмолярність і задовільні органолептичні властивості продуктів. Додаткове введення до складу продуктів глутаміну, вітамінів визначає імуномодулюючий ефект продуктів. Вміст харчових волокон в продуктах нормалізує функції ШКТ, впливає на склад мікрофлори, покращує моторику,

володіє пребіотичними властивостями, уповільнює швидкість всмоктування вуглеводів у травному тракті, має високу сорбційну активність до дії токсичних речовин і шкідливих метаболітів.

Висновки. Дослідження харчової цінності розроблених продуктів для ентерального харчування свідчить про те, що останні характеризуються високим вмістом білків, ліпідів, вуглеводів, які містяться в них у співвідношеннях, необхідних для задоволення підвищених потреб хворих у макронутрієнтах. Перспективним є подальше дослідження біологічної цінності розроблених продуктів.

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. *Беляев О. В.* Парентеральное и энтеральное питание в интенсивной терапии. Киев : КИМ, 2009. 344 с.
2. *Лейдерман И. Н., Николенко А. В., Сивков О. Г.* Нутритивная поддержка в отделении реаниматологии и интенсивной терапии. Стандартные алгоритмы и протоколы : учебно-метод. пособ. для врачей, клинических ординаторов, врачей интернов. М. : Урало-Сибирская ассоц. клинического питания, 2010. 36 с.
3. *Луфт В. М., Костюченко А. Л.* Клиническое питание в интенсивной медицине. СПб. : Диля, 2002. 174 с.
4. *Попова Т. С., Шестопалов А. Е.* Нутритивная поддержка больных в критических состояниях. М. : М-Вести, 2002. 319 с.
5. *Хорошилов И. Е.* Энтеральное питание: простое о сложном. Практическая диетология. 2011. № 3. С. 36—40.
6. *Schroeder D., Gillanders L., Mahr K.* Effects of immediate postoperative enteral nutrition on body composition, muscle function and wound healing. *Journal of parenteral and enteral nutrition.* 1991. Vol. 15, N 4. P. 376—383.
7. *Heyland D. K., Cook D. J., Guyatt G. H.* Enteral nutrition in the critically ill patient: a critical review of the evidence. *Intensive Care Medicine.* 1993. N 19. P. 435—442.
8. *Griffiths A., Ohisson A., Sherman P.* Meta-analysis of enteral nutrition. *Gastroenterology.* 1995. Vol. 108, N 4. P. 56—67.
9. *Grasdalen P.* The factors of enteral nutrition. *Crit. Care Med.* 2011. Vol. 6. P. 142—157.
10. Продукты молочные для детского питания. Метод определения общего белка : ГОСТ 30648.2—99. М. : Изд-во стандартов, 1999. 15 с.
11. Концентраты пищевые. Методы определения жира : ГОСТ 15113.9—77. М. : Изд-во стандартов, 2001. 9 с.
12. *Виноградова А. А., Мелькина Г. М., Фомичева Л. А. и др.* Общие технологии пищевых производств ; под ред. Л. П. Ковальской. М. : Агропромиздат, 1991. 335 с.
13. *Костюченко А. Л., Костин Э. Д., Курьгин А. А.* Энтеральное искусственное питание в интенсивной медицине. СПб. : Спец. лит-ра, 1996. 330 с.

Стаття надійшла до редакції 14.11.2017.

Motuzka I. Nutritional and energy value of products for special medical purposes.

Background. The extensive use of products for enteral nutrition in medical clinics gives evidence of their high effectiveness in medical treatment of patients with injuries, burns, diabetes, with liver, kidney or heart failure, in cancer treatment and other pathological conditions. An essential requirement to the products for enteral nutrition is daily supply of the body with main nutrition substances, energy, vitamins and microelements. The demand for enteral medical nutrition has markedly grown in recent years, especially given the increased level of non-infection illnesses in Ukraine, large numbers of the wounded and injured due to the warfare in the East of the country.

The aim of this article is to analyze the nutrition value of products developed specifically for enteral nutrition and estimate their energy value.

Material and methods. The research objects are products developed specifically for enteral nutrition, of *Vitalprod* brand, intended for persons with certain types of illness. The mass share of overall protein is estimated by content of nitrogen by Kjeldahl method (State Standard 30648.2), of lipids by extraction-weight method with Soxhlet apparatus (State Standard 15113.9), of carbohydrates by Bertrand method.

Results. The conformity of nutritional value of the developed products to the target consumer segment is assessed by content of main nutrients: proteins, lipids, and carbohydrates.

It was found that all the analyzed products have high content of protein, which is a required condition for the development of products intended for people with certain types of illness. The content of proteins in dry instant products ranges from 19 to 35 %, in gel-like ones it is 2.1–2.8 times higher than the benchmark. In puddings ready-for-consumption, the protein content could be increased 6–10 fold by adding milk.

In dry instant products for enteral nutrition, the content of lipids ranges from 17 to 20 %, thus corresponding with their content in benchmark samples. In gel-like products their content is 7.50 to 9.61 %, in contrast to benchmark samples that do not contain a tangible lipid component. The tested mixtures for puddings and the ready-for-consumption products are sufficiently balanced by lipid content.

By the content of carbohydrates, the tested samples of dry instant products are approximately at the same level as benchmark ones.

Results of the energy value testing show that all the tested products in various commodity forms have a bit higher calorificity compared with benchmark samples. Energy needs of the consumers of the developed dry instant products can be met at 16.3–30.9 % by use of the protein contained in whey concentrate, soy isolate and amino acids; at 33.3–40.0 % by use of extract omega-3 of fatty acids; at 29.1–47.1 % by use of carbohydrates (glucose, fructose, maltodextrins, inulin, vegetable extracts, etc.). Similar trend can be found in gel-like food products and ready-made puddings.

Conclusion. The analysis of the enteral value of products developed specifically for enteral nutrition shows that they have high contents of proteins, lipids and carbohydrates, which ratios are sufficient to meet the increased needs of patients in macro-nutrients. Further studies of the biological value of developed products are expected.

Keywords: products for enteral nutrition, nutritional value, energy value, nutrient, proteins, fats, carbohydrates.

REFERENCES

1. *Beljaev O. V.* Parenteral'noe y enteral'noe pytanye v yntensyvnoj terapii. Kyev : KYM, 2009. 344 s.
2. *Lejderman Y. N., Nykolenko A. V., Syvkov O. G.* Nutrytyvnaja podderzhka v otdelenyy reanymatologyy y yntensyvnoj terapii. Standartnyye algoritmy y

- protokoly : uchebno-metod. posob. dlja vrachej, klynycheskyh ordynatorov, vrachej ynternov. M. : Uralo-Sybyrskaja assoc. klynycheskogo pytanyja, 2010. 36 s.
3. *Luft V. M., Kostjuchenko A. L.* Klynycheskoe pytanye v yntensyvnoj medycyne. SPb. : Dylja, 2002. 174 s.
 4. *Popova T. S., Shestopalov A. E.* Nutrytivnaja podderzhka bol'nyuh v krytycheskyh sostojanyjah. M. : M-Vesty, 2002. 319 s.
 5. *Horoshylov Y. E.* Эnteral'noe pytanye: prostoe o slozhnom. Prakty-cheskaja dyetologyja. 2011. № 3. S. 36—40.
 6. *Schroeder D., Gillanders L., Mahr K.* Effects of immediate postoperative enteral nutrition on body composition, muscle function and wound healing. Journal of parenteral and enteral nutrition. 1991. Vol. 15, N 4. P. 376—383.
 7. *Heyland D. K., Cook D. J., Guyatt G. H.* Enteral nutrition in the critically ill patient: a critical review of the evidence. Intensive Care Medicine. 1993. N 19. P. 435—442.
 8. *Griffiths A., Ohisson A., Sherman P.* Meta-analysis of enteral nutrition. Gastroenterology. 1995. Vol. 108, N 4. P. 56—67.
 9. *Grasdalen P.* The factors of enteral nutrition. Crit. Care Med. 2011. Vol. 6. P. 142—157.
 10. *Produktyy molochnyye dlja detskogo pytanyja. Metod opredelenyja obshhego belka : GOST 30648.2—99.* M. : Yzd-vo standartov, 1999. 15 s.
 11. *Koncentratyy pyshhevyye. Metodyy opredelenyja zhyra : GOST 15113.9—77.* M. : Yzd-vo standartov, 2001. 9 s.
 12. *Vynogradova A. A., Mel'kyna G. M., Fomycheva L. A. y dr.* Obshhye tehnologyy pyshhevyyh proyzvodstv ; pod red. L. P. Koval'skoj. M. : Agropromyzdat, 1991. 335 s.
 13. *Kostjuchenko A. L., Kostyn Э. D., Kuryygyn A. A.* Эnteral'noe yskus-stvennoe pytanye v yntensyvnoj medycyne. SPb. : Spec. lyt-ra, 1996. 330 s.

UDC 664.95-027.45

***Tatiana LEBSKAYA,
Yurij PAVLUCHENKO,
Oksana MOISIENKO***

QUALITY AND SAFETY OF PRESERVES FROM THE BLACK SEA RAPANA MEAT

The regularities of ripening of preserves from meat of black sea rapana with spicy aromatic root crops in marinade filling were studied. It was shown that preserves could be stored for 3 months at a temperature of 0 to +5 °C according to a set of ripening and safety parameters.

Keywords: rapana meat, spicy aromatic root crops, quality indicators, product safety, storage.

© Tatiana Lebskaya, Yurij Pavluchenko, Oksana Moisienko, 2017

Лебская Т., Павлюченко Ю., Мойсиенко О. Качество и безопасность пресервов из мяса рапаны черноморской. Изучены закономерности созревания пресервов из мяса рапаны черноморской с пряно-ароматическими корнеплодами в маринадной заливке. Определено, что по комплексу показателей созревания и безопасности пресервы могут храниться 3 месяца при температуре от 0 до +5 °С.

Ключевые слова: мясо рапаны, пряно-ароматические корнеплоды, показатели качества, безопасность продукции, хранение.

Background. Special value of preserves from aquatic organisms is determined by maximum preservation of food and biological value of raw material, thanks to the use of salt, marinades, oil fillings and no sterilization. Nevertheless, the assortment of preserves on the market is essentially limited. They are mainly from traditional ripening species of fish, or invertebrates like shrimp and squid in its own juice. The change in the structure of the raw material base both in the world and in Ukraine calls for the use of aquatic organisms in the field of preservative technologies, which, in terms of their chemical composition, belong to low-ripening species. L. B. Dobrobabina, M. S. Korshunov, E. N. Kananykhina, A. T. Bezusov, S. D. Bui, M. D. Mukatova and others [1–3], studied the issues of technology of preserves from low ripening aquatic organisms. In these studies, questions of the application of physical methods of processing [1], the use of ingredients in the formulation of preserves that promote their ripening [2], the introduction of enzyme preparations to stimulate the activity of native enzymes of muscle tissue [3].

One of the basic principles of the development of food products, including preserves, is to ensure their quality and safety, as this type of products is not sterilized and stored at temperatures from 0 to +5 °C.

The aim of the study was to determine the acceptable shelf life of preserves from the rapana gastropod mollusk with spicy aromatic root crops based on the results of a study of a complex of organoleptic, chemical and microbiological indices during storage.

Material and methods. The subjects of the study are *Rapana thomasiana*, root of parsnips (*Pastinaca sativa* L.), parsley (*Petroselinum crispum*), celery (*Apium graveolens* L.) and ginger root (*Zingiber officinale*).

Preserves from rapana without vegetable additives were used as a control sample. Preserves of control samples contained 65 % of mollusk meat and 35 % of pouring.

Samples of preserves were stored under the temperature regime from 0 to +5 °C.

Preparation of the investigated samples for organoleptic, structural and mechanical, physicochemical and microbiological studies was carried out according to GOST 7636–85 [4] and sampling according to GOST 7631–85 [5].

We developed a scoring scale (*table 1*) to carry out an organoleptic evaluation of preserves.

Table 1

**The scale of the organoleptic evaluation of the rapana meat
in preserves with spicy aromatic roots**

Name of indicator	Characteristic and scores				
	5	4	3	2	1
	The surface of the pieces is clean				
	shiny				matte
	flat			edges uneven	
Appearance	without damage	mechanical damage			significant
		insignificant	medium		
Consistency	Soft		Plastic	Dense	Rigid
	when chewing				
	homogeneous mass is formed	small elastic pieces remain	to obtain a homogeneous mass		
Smell	Characteristic for this type of product				Not characteristic for this type of product
	pleasant			satisfactory	
	without foreign smell	with light	with noticeable	with strong	
Flavor	Pleasant, characteristic for this type of product		Satisfactory	Not typical for this type of product	
	without foreign flavor		with an insignificant	with noticeable	with significant
			foreign flavor		
Color	White	White with a creamy tint	White with a grayish tint	Not characteristic for this type of product	

The mass fraction of volatile base nitrogen (VBN) was determined in accordance with GOST 7636–85 [4], the active acidity by potentiometric method with membrane pH meter HI8314 HANNA according to GOST 26188–84 [6], buffering by titrimetric method in accordance with GOST 19182–89 [7]. The amount of mesophilic aerobic and facultative anaerobic microorganisms (MAFAnM) and bacteria of the *Escherichia coli* group (coliforms) was determined according to GOST 10444.15–94 [8]; *Staphylococcus aureus* in accordance with GOST 10444.2–94 [9]; pathogenic microorganisms, incl. of the *Salmonella* species according to GOST 30519–97 [10].

According to the technology of preserves production, mollusks were subjected to preliminary short-term (20–30 s) blanching and subsequent laying in cans according to the recipe.

Results. Organoleptic characteristic is one of the first and mandatory in assessing the quality of food products. After the preparation, the preserves from the rapana with all the root crops differed from the control samples by the better indicators of consistency, flavor, smell, color and appearance (*figure 1*).

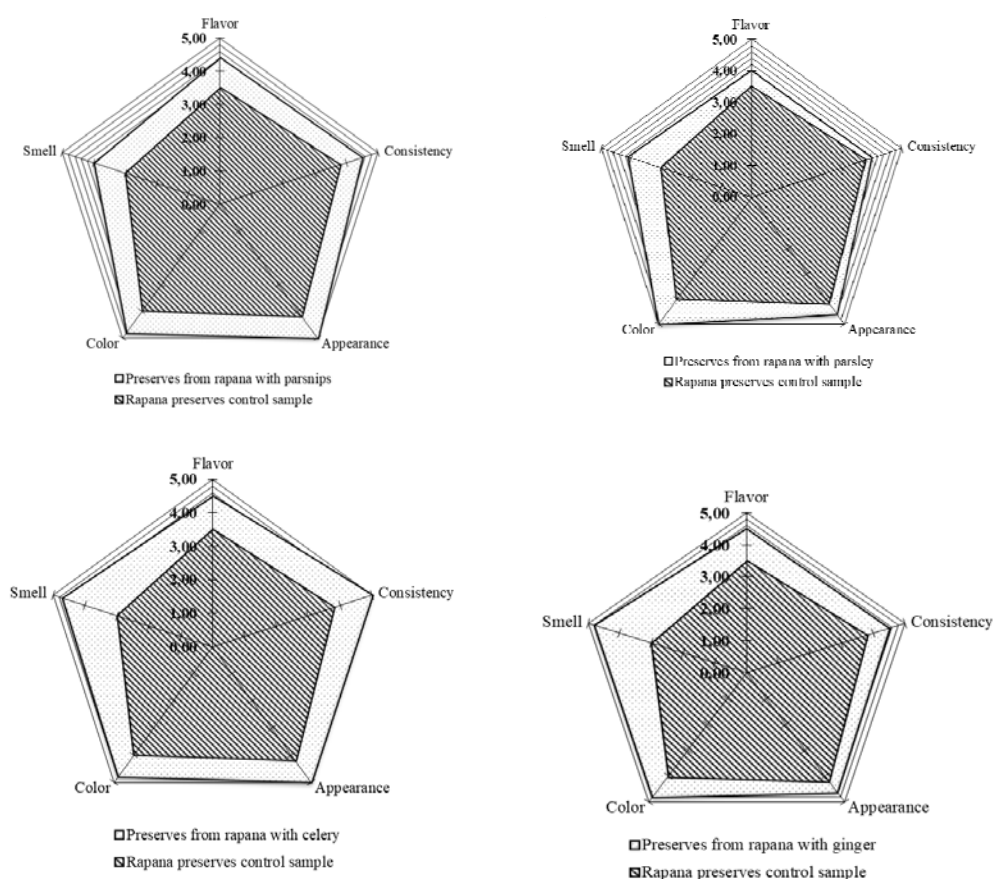


Figure 1. Profilograms of organoleptic evaluation of rapana preserves with spicy aromatic roots

The samples with the addition of celery root got the best score – 4.80 points due to harmonious taste, expressed by spicy aroma, juicy and soft consistency of meat, formed into a homogeneous mass during chewing. Preserve samples with the addition of root ginger, parsnip and parsley got lower scores – 4.63, 4.53 and 4.33 points respectively. The control samples were of very poor quality (the average score was 3.70), had specific, intense smell of seafood and acetic acid. These samples for the complex of organoleptic parameters were inferior to preserves with the addition of spicy aromatic roots.

The dynamics of organoleptic parameters of preserves did not show any significant differences depending on the type of spicy aromatic root crop, but differed significantly from the control sample (*figure 2*).

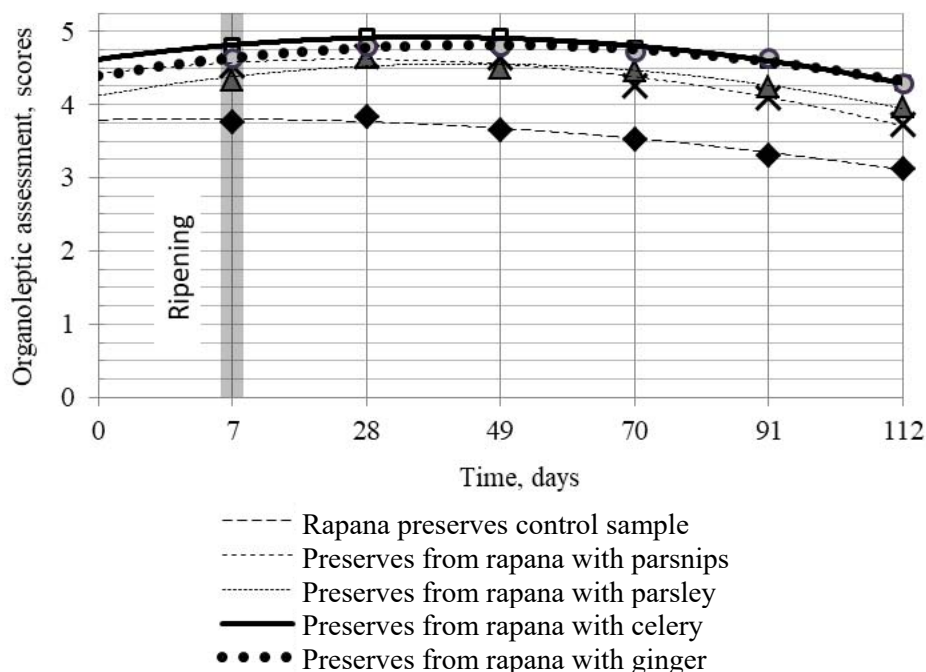


Figure 2. Dynamics of organoleptic parameters of preserves from rapana with spicy aromatic roots

In all kinds of preserves, signs of product maturation such as appearance of a gentle consistency of meat, special taste and smell manifest gradually as storage increases, up to the 70th day of storage, after which their gradual deterioration is observed.

The consistency of the mollusks meat in all versions of preserves softened after 6 days of storage. The highest score in the maturation process was established for preserves from rapana with the addition of celery and ginger root, so the dynamics of quality parameters of preserves was studied with these roots.

Ripening of fish products, including preserves, is associated with the activity of proteolytic enzymes – cathepsins, the optimum of which is manifested at a pH in the range of 4.0–4.5 [2; 3]. The results of the studies showed that during storage, the pH has two optima: 5.4 after 24 days and 4.4 after 84 days (*figure 3*).

One of the objective indicators of meat preserves ripening is the buffering index. Changes in this indicator during the storage of rapana preserves with celery and ginger are linear and constantly increase with increasing storage duration (*figure 4*).

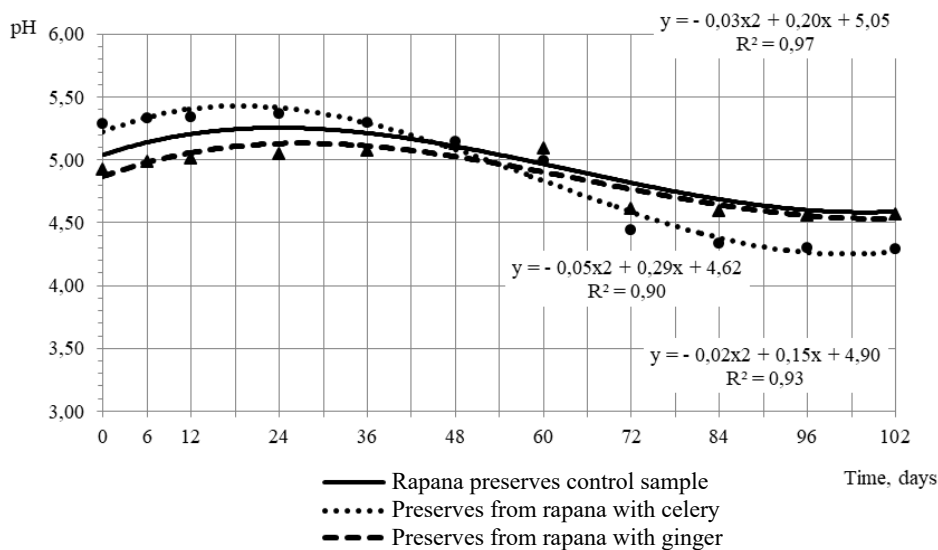


Figure 3. Influence of storage duration of preserves on the pH dynamics of rapana meat

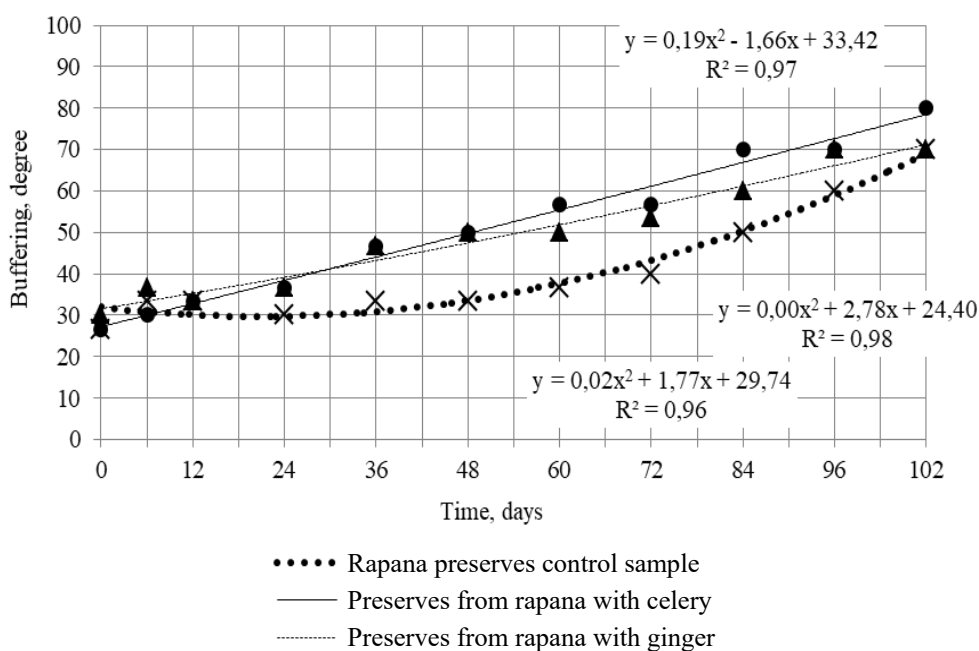


Figure 4. The influence of the storage duration of preserves from rapana with spicy aromatic roots on the buffering index

In the control sample of preserves, the buffering index remained practically unchanged for 48 days.

Volatile base nitrogen (VBN) is also one of the indicators of fish products ripening. The results of studies of the change in this indicator during the storage of preserves are shown in *figure 5*.

The analysis of the obtained data testifies to cyclic changes in the VBN content. Thus, in all samples an identical increase in the VBN value was revealed by the 30th day of storage, an increase in their amount in the control sample and in preserves with ginger by the 42nd day and a decrease to the level of the onset of the maturing of preserves and the subsequent consistent increase in the control samples and in preserves with ginger in subsequent storage periods up to 66 days (see *figure 5*). In preserves with ginger, the intensity of VBN accumulation dominated in comparison with control and preserves with celery, which may be due to the participation of ginger enzymes in the processes of protein hydrolysis.

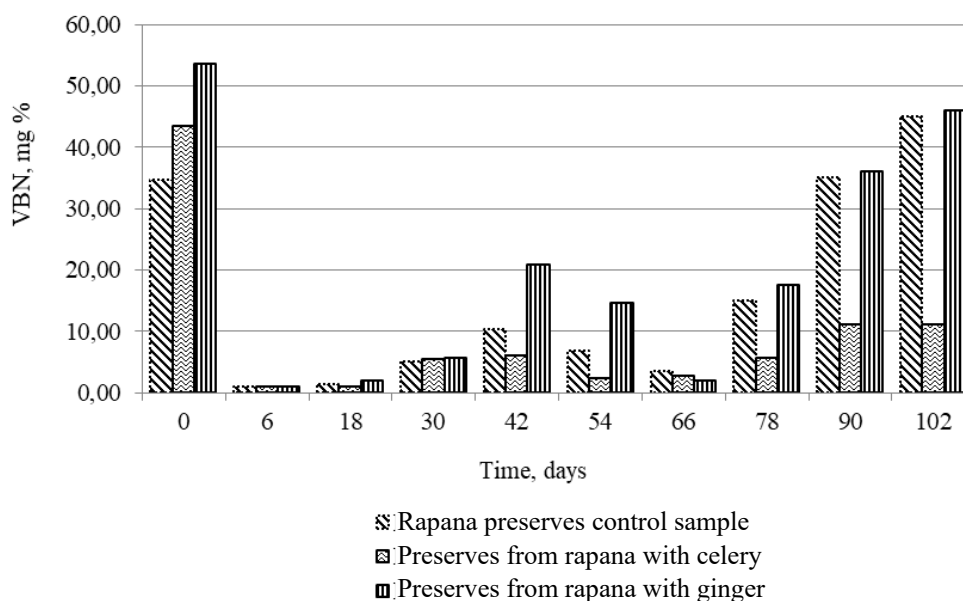


Figure 5. Influence of the storage duration of preserves from rapana with spicy aromatic roots on the volatile base nitrogen

Microbiological parameters of preserves in both control samples and in experimental ones did not show any significant changes throughout the shelf life (*table 2*).

In preserves with spicy aromatic roots, the content of MAFAnM in the initial samples and during storage was significantly lower compared to the control one. It should be noted that in preserves with ginger, the total microbial contamination was lower in comparison with preserves with celery and the control sample.

Ripening of preserves irrespective of the type of raw material occurs during their storage and the intensity of this process is determined mainly by the activity of its own meat enzymes. The change in the raw material base and the prevalence on the market of low ripening raw materials necessitated the development of various methods of preliminary processing with the aim of ensuring its ripening [3]. The meat of the rapana gastropod

mollusk is chemically related to a low ripening raw material as it contains less than 1 % fat, more than 80 % moisture and is characterized by a dense and rigid consistency [11]. To soften the structure of the meat, we used short-term blanching, but the first signs of the ripening of preserves, characterized by the formation of smell, taste, appearance, juicy consistency were identified after 6 days storage at a temperature of 0 to +5 °C. Dynamics of organoleptic indices indicates that the ripening process takes place up to 49 days of storage, after which, up to 91 days, it decreases to the values of the onset of ripening. Thus, according to organoleptic indicators, the shelf life of preserves can be limited to 90 days.

Table 2

Influence of the storage duration of preserves from rapana with spicy aromatic roots on changes in microbiological indices, $\times 10^2$

Indicators	The number of mesophilic aerobic and facultative anaerobic microorganisms, CFU in 1 g							Bacteria of <i>E. coli</i> group, in 0.001 g	<i>Staphylococcus aureus</i> in 0.01 g	Sulphide-reducing clostridia in 0.01 g	Pathogenic m/o, incl. of the genus <i>Salmonella</i> , in 25.0 g
	Permissible levels	Not more than 1×10^5							Not allowed		
Shelf life, days	0	7	28	49	70	91	112	0–112			
Content, CFU per 1 g of preserves	Control	0.10	0.10	0.10	0.10	0.20	0.22	1.10	Not detected		
	Preserves with celery	0.06	0.06	0.06	0.06	0.11	0.23	0.78			
	Preserves with ginger	0.04	0.04	0.04	0.01	0.06	0.19	0.66			

It is known that proteolytic enzymes – cathepsins play an active role during the ripening of preserves. Their maximum activity occurs at certain pH values of the environment. Our data do not agree with these views, because at the beginning of ripening after 6 days of storage, the rapana meat has pH values above 5, so outside the maximum activity values of cathepsins. It can be assumed that the onset of maturation is due to the influence of spicy aromatic roots, as well as the preliminary blanching of the rapana meat.

Changes in the buffering index during preserves storage are consistent with the nature of the change in this indicator, found on other

species of low ripening hydrobionts and indicates the gradual accumulation of protein hydrolysis products.

During the ripening of preserves under the influence of endogenous enzymes of muscle tissue and the action of microorganisms, protein decomposition products are formed and non-protein nitrogenous substances are accumulated, the content of which is estimated from the accumulation of VBN and trimethylamine. The identification of these compounds is recommended by the EU norms and by the standards of other countries. However, the literature data on the possibility of using VBN as an objective indicator of the quality of seafood and assessing the ripening degree are highly contradictory. Some data indicate that the content of these substances characterizes the quality of fish and seafood at the beginning of storage, but does not allow assessing its freshness in the interim period and at the beginning of decay. High VBN concentration is detected in the muscle tissue of fresh squid, which decreases, as it is stored [12–14]. Our data are consistent with the results of these studies. Both in the raw material and after the preparation of rapana preserves, we detected high concentration of VBN in the muscle tissue, which, as the preserves are stored and ripen, reduces to traces amounts and then increases. Thus, in all samples, by the 30th day of storage, an identical increase in the VBN value was revealed, by the 42nd day an increase in their amount in the control sample and in preserves with ginger; in the subsequent storage period up to 66 days – a decrease to the level of the beginning of the preserves ripening and the subsequent coordinated increase in the control samples and in preserves with ginger. In preserves with ginger, the intensity of VBN accumulation dominated in comparison with the control sample and preserves with celery, which may be due to the participation of ginger enzymes in the processes of protein hydrolysis.

The results of microbiological studies indicate the safety of preserves based on the rapana meat and spicy aromatic roots and indicate that the roots show antimicrobial activity.

The coordination of organoleptic and physico-chemical methods provides the basis for limiting the storage time of preserves from rapana with spicy aromatic roots in three months at a temperature of 0 to +5 °C.

Conclusion. A complex of organoleptic and physicochemical indicators shows a higher quality of preserves from rapana and spicy aromatic roots such as celery and ginger compared to the control sample.

Ripening of preserves from rapana meat with spicy aromatic roots according to the organoleptic evaluation starts on the 6th day and ends on the 70th day of storage. The buffering dynamics of the meat is consistent with the well-known patterns of changes in the process of ripening of preserves and their storage. At the same time, the pH of meat and VBN cannot be used to characterize the degree of rapana meat ripening.

Microbiological studies confirm the safety of preserves from rapana with spicy aromatic roots during 3 months of storage at a temperature of 0

to +5 °C and give grounds for suggesting the antimicrobial activity of celery and ginger roots.

The shelf life of preserves from meat of rapana with celery and ginger should be limited to 3 months at a temperature of 0 to +5 °C.

Further research will be aimed at assessing the social and economic effectiveness of introducing preserves based on rapana meat with spicy aromatic roots into production.

REFERENCES

1. *Dobrobabyna L. B.*, Kananyyhyna E. N., Gorshunov M. S. Yspol'zovanye mykrovolnovoj obrabotky v tehnologyy proyzvodstva preservov. Ryybnoe hozjajstvo Ukrainyy. 2003. № 2. S. 39–41.
2. *Bezusov A. T.*, Dobrobabyna L. B., Srednyckaja Z. Ju., Gorshunov M. S. Yspol'zovanye molochnokyslyyh bakteryj v tehnologyy proyzvodstva preservov. Ryybn. hoz-vo Ukrainyy. 2005. № 2. S. 40–43.
3. *Buj S. D.*, Mukatova M. D. Sposob yzgotovlenija preservov yz fyle prudovoj ryyby na osnove aktyvacyy fermentnoj systemy myshechnoj tkany. Yzvestyja VUZOV. Pyshhevaja tehnolyija. 2011. № 4. S. 35–37.
4. *Ryyba*, morskyye mlekopytajushhye, morskyye bespozvonochnyye y produkty yh pererabotky. Metodyy analiza : GOST 7636–85. M. : Yzd-vo standartov, 1986. 86 s.
5. *Ryyba*, morskyye mlekopytajushhye, morskyye bespozvonochnyye y produkty yh pererabotky. Pravyla pryemky, organoleptycheskye metodyy ocenky kachestva, metodyy otbora prob dlja laboratornyyh yspyytanyj. GOST 7631–85. M. : Yzd-vo standartov, 1991. 144 s.
6. *Produktyy* pererabotky plodov y ovoshhej, konservyy mjasnyye y mjasorastytel'nyye. Metod opredelenija rN : GOST 26188-84. [Dejstvujushhyj ot 1985-07-01]. M. : Yzd-vo standartov, 1985. 8 s.
7. *Preservyy* ryybnyye. Metodyy opredelenija bufernosti. GOST 19182–89. M. : Yzd-vo standartov, 1991. 7 s.
8. *Produktyy* pyshhevyje. Metodyy opredelenija kolychestva mezofyl'nyyh aërobnyyh y fakul'tatyvno-anaërobnyyh mikroorganizmov. GOST 10444.15–94. M. : Yz-vo standartov, 2003. 4 s.
9. *Produktyy* pyshhevyje. Metodyy vyyjavlenija y opredelenija kolychestva Staphylococcus aureus. : GOST 10444.2–94. M. : Yz-vo standartov, 2008. 11 s.
10. *Produktyy* pyshhevyje. Metodyy vyyjavlenija bakteryj roda Salmonella. GOST 30519–97. M. : Yz-vo standartov, 2005. 9 s.
11. *Lavrynenko O. Y.*, Bytjutskaja O. E., Borysova L. P. Byohymycheskye osobennosty y byologicheskaja cennost' brjuhonogogo molljuska – Rapana thomasiana. Pyshhevaja prom-st'. 2009. № 5. S. 26–32.
12. *Zjuz'gyna A. A.* Byotehnolyija pyshhevoj produkcyi yz anadaryy y os'mynoga : dys. kand. tehn. nauk. : 05.18.07. Vladyvostok, 2004. 243 s.
13. *Tuvatova V. E.* Razrabotka y obosnovanye tehnologyy preservov yz os'mynoga : dys. ... kand. tehn. nauk : 05.18.04. Vladyvostok, 2002. 234 s.
14. *Hymycheskyj* sostav: molljusky. RusNevod. 2013. URL : <http://www.rusnevod.com/cgi-bin/rnev/start.cgi?mode=idxb&d0=2&d1=19>.

The article submitted to editor's office on 29.11.2017.

Лебська Т., Павлюченко Ю., Мойсієнко О. Якість і безпека пресервів із м'яса рапани чорноморської.

Постановка проблеми. Особлива цінність пресервів із гідробіонтів визначається максимальним збереженням харчової і біологічної цінності сировини за рахунок використання харчової солі, маринадів, олійних заливок і відсутності стерилізації. Проте асортимент пресервів на ринку переважно з традиційних дозріваючих видів риб чи безхребетних – креветок, кальмарів у власному соку – суттєво обмежений.

Мета дослідження – визначення допустимого терміну зберігання пресервів із червоного молюска рапани з пряно-ароматичними коренеплодами на основі комплексу органолептичних, фізико-хімічних і мікробіологічних показників під час зберігання.

Матеріали та методи. Об'єкти дослідження: рапана чорноморська (*Rapana thomasiana*), коренеплоди пастернаку (*Pastinaca sativa L.*), петрушки (*Petroselinum crispum*), селери (*Apium graveolens L.*) і кореневище імбиру (*Zingiber officinale*).

Як контроль використано пресерви із рапани без рослинних добавок. До рецептури пресервів контрольних зразків входило м'ясо молюска (65 %) і заливка (35 %).

Зразки пресервів зберігали за температурного режиму від 0 до +5 °С.

Підготовку й відбір проб зразків для органолептичних, структурно-механічних, фізико-хімічних і мікробіологічних досліджень здійснювали за стандартами [4; 5].

Органолептичну оцінку пресервів проведено за розробленою 5-бальною шкалою (табл. 1).

Масову долю азоту летких основ (АЛО) визначено за ГОСТ 7636–85 [4], активну кислотність – потенціометричним методом на мембранному рН-метрі HI8314 HANNA за ГОСТ 26188–84 [6], буферність – титриметричним методом за ГОСТ 19182–89 [7]. Кількість мезофільних аеробних і факультативно анаеробних мікроорганізмів (МАФАНМ) і бактерій групи кишкової палички (БГКП) (коліформи) визначено за ГОСТ 10444.15–94 [8]; золотистого стафілококу – за ГОСТ 10444.2–94 [9]; патогенних мікроорганізмів, зокрема роду *Salmonella*, – за ГОСТ 30519–97 [10].

За технологією виготовлення пресервів молюски піддавалися попередньому короткочасному (20–30 сек) бланшуванню і подальшому закладанню в банки за відповідною рецептурою.

Результати дослідження. Для всіх видів пресервів ознаки дозрівання продукту – поява ніжної консистенції м'яса, набуття особливого смаку й запаху – виявляються після шести днів зберігання.

Зміни буферності як одного з об'єктивних показників дозрівання м'яса під час зберігання пресервів з рапани із селерою та імбиром мають лінійний характер і виявляють постійне її підвищення з подовженням терміну зберігання.

Накопичення продуктів розпаду білка за показником АЛО мало екстремальний характер упродовж терміну зберігання пресервів, що підтверджує недоцільність використання цього показника як критерію дозрівання.

Мікробіологічні дослідження підтверджують безпеку пресервів із рапани з пряно-ароматичними коренеплодами впродовж трьох місяців

зберігання за температури від 0 до +5 °С і дають підстави припустити про наявність антимікробної активності коренеплодів селери й кореневища імбиру та встановлення гарантійного терміну зберігання досліджуваної продукції. За комплексом органолептичних і фізико-хімічних показників ця продукція має вищу якість порівняно з контрольним зразком.

Висновки. Дозрівання пресервів із м'яса рапани з пряно-ароматичними коренеплодами за органолептичною оцінкою починає проявлятися на шосту й закінчується на сімдесяту добу зберігання. Динаміка буферності м'яса узгоджується із загальновідомими закономірностями змін під час дозрівання пресервів і їх зберігання. Водночас рН м'яса й АЛО не можуть використовуватися для характеристики ступеня дозрівання м'яса рапани.

Мікробіологічні дослідження дають підстави припустити про наявність антимікробної активності коренеплодів селери та кореневища імбиру в складі пресервів.

Термін зберігання пресервів із м'яса рапани із селерою та імбиром треба обмежити трьома місяцями за температури від 0 до +5 °С.

Ключові слова: м'ясо рапани, пряно-ароматичні коренеплоди, показники якості, безпека продукції, зберігання.

УДК 664.681.022.392

**Іван СИРОХМАН,
Роксолана БОЙДУНИК**

ВПЛИВ ДОБАВОК-АНТИОКСИДАНТІВ НА ЯКІСТЬ ЖИРОВИХ НАЧИНОК ВАФЕЛЬНИХ ТОРТІВ

Обґрунтовано доцільність внесення добавок жмиху розторопші плямистої окремо та в поєднанні з буриштиною кислотою для подовження терміну зберігання жирових начинок вафельних тортів. Визначено оптимальну добавку для сповільнення окиснення жиру – 1 % жмиху розторопші з 0.2 % буриштинової кислоти.

Ключові слова: вафельні торти, антиоксиданти, жмих розторопші, пероксидне число, кислотне число, бензидинове число.

Сирохман И., Бойдуник Р. Влияние добавок-антиоксидантов на качество жировых начинок вафельных тортов. Обоснована целесообразность внесения добавок жмыха расторопши пятнистой отдельно и в сочетании с янтарной кислотой для продления срока хранения жировых начинок вафельных тортов. Определена оптимальная добавка для замедления процесса окисления жира – 1 % жмыха расторопши с 0.2 % янтарной кислоты.

Ключевые слова: вафельные торты, антиоксиданты, жмых расторопши, пероксидное число, кислотное число, бензидиновое число.

Постановка проблеми. Одне з основних завдань, яке вирішують спеціалісти в галузі харчової біотехнології, – подовження термінів зберігання продуктів харчування зі збереженням їх якості. Це завдання особливо актуальне для фахівців кондитерської промисловості й торгівлі. Тривалість зберігання продуктів харчування залежить від змін, що відбуваються з основними складовими: ліпідами, білками, вуглеводами.

Утворення й накопичення первинних продуктів розпаду ліпідів (перекисів і гідроперекисів) токсично впливає на живий організм, хоча відчутно не змінює органолептичні та функціонально-технологічні властивості харчового виробу. Подальше окиснення ліпідів з утворенням альдегідів і кетонів (вторинних продуктів розпаду ліпідів) надає йому специфічного присмаку прогірклості. З метою уповільнення цих процесів до рецептури харчових продуктів додають антиоксиданти.

Для отримання високоякісної конкурентоспроможної продукції науковці ведуть пошук ефективних природних джерел біологічно активних сполук, безпечних і корисних для споживача, які виявляють комплексну позитивну дію на організм, зокрема антиоксидантну, імуномодельючу тощо. Потенційні можливості для використання альтернативних замінників синтетичних антиоксидантів достатньо великі, роботу в цьому напрямі проводять учені США, Японії та Європи. Теоретичні й практичні основи у сфері створення зерноборошняних продуктів підвищеної біологічної цінності та їх зберігання знайшли відображення у роботах багатьох науковців: Л. Н. Шатнюк і В. Б. Спірічева [1], Г. Б. Рудавської й Н. В. Притульської [2], Т. М. Лозової та І. В. Сирохмана [3], Л. П. Малюк, Н. Ю. Балацької, А. А. Дубініної [4], M. Schirmer & M. Jekle [5] та ін.

Отже, проблема подовження терміну збереження якості борошняної кондитерської продукції для масового споживання з урахуванням багатофакторного впливу різних чинників відповідно до потреб суспільства залишається актуальною.

Вафельні торти містять значну кількість жирів, тому вони характеризуються обмеженою стійкістю до окисних процесів, що призводить до зниження якості й скорочення термінів зберігання продукції.

Найбільш перспективними інгібіторами окиснення жирів є антиоксидантні препарати рослинного походження. Основними з них

є фенольні сполуки. Відомо декілька тисяч таких сполук, що виділяють з рослинної сировини. Найбільш поширеними є флавоноїди, в молекулах яких бензолні кільця зв'язані між собою ланцюжком з трьох вуглеводних атомів. Більшість флавоноїдів характеризуються відчутною біологічною активністю, зокрема Р-активними властивостями. Вони широко розповсюджені в природі – у цитрусових, гречці, листках чаю і квітах. До флавоноїдів відносять гесперидин, рутин, кверцетин, катехіни, лейкоантоціани, флаволи та ін. [6].

Досліджено антиоксидантну активність гадючника в'язолистого, трави розмарину, квітів ромашки, шавлії лікувальної, евкаліпта, звіробоя продірявленого, чебрецю, сабельника, малини звичайної, трави горця пташиного, м'яти перцевої, квітів деревію звичайного, собачої кропиви п'ятилопатевої, березових бруньок, чаги (березового гриба), подорожника великого, ромашки аптечної, кропиви дводомної, листя амаранту, коріння оману високого. Встановлено, що найбільшу антиоксидантну здатність із досліджених зразків рослинної сировини мають гадючник в'язолистий, трава розмарину, квіти ромашки. Це пов'язано з високим вмістом токоферолу та каротиноїдів, які посилюють антиокиснювальну здатність екстрактів завдяки терпеноїдам фенольного типу. Наявність сильних антиоксидантів, які повністю інгібують окиснення, не виявлено у зразках трави деревію та полину гіркокого. Ці екстракти можуть лише уповільнювати швидкість перекисного окиснення [7].

Науковцями з Познані (Польща) досліджено антиоксидантні ефекти та розщеплення α - і δ -токоферолу в концентраціях 0.01–0.1 % на процес окиснення жиру при термічній обробці за температури 160 °С. Під час експерименту кожні 15 або 30 хв. визначали значення пероксидів як первинних продуктів окиснення та *p*-анізидин-реактивних сполук і гексаналю – як вторинних продуктів окиснення, а також вивчали стабільність токоферолів. Зразки жиру, збагаченого α -токоферолом, мали значно меншу стійкість до окиснення порівняно зі зразками, що містять δ -токоферол [8].

Biswas A. K., Chalti M. K., Sahoo J. досліджено антиокиснювальну активність екстрактів із карі та листя м'яти, отриманих із використанням різних розчинників, їх вплив на окиснювальну стабільність жирів. Установлено, що в результаті порівняння двох індивідуальних листових категорій етанольний екстракт карі та водний екстракт м'яти показали найкращий рівень якості за тестами з дифенілпікрілгідразилом за знебарвленням радикала ABTS+. Незалежно від терміну зберігання контрольні зразки мали більш високі рівні рН і вміст вторинних продуктів, які реагують з тіобарбітуровою кислотою. Автори вважають, що ці природні речовини можуть виступати як сповільнювачі окиснення жирів [9].

Розглянуто використання олії з насіння мускусної дині, збагаченої антиоксидантами, яку отримують екстракцією надкритичним CO₂. Її рекомендують використовувати як природний антиоксидант і продукт, корисний для здоров'я людини [10].

За допомогою методу високоефективної рідинної хроматографії доведено високу антиоксидантну активність суцвіть *Brassica oleracea L. var. costata DC*, *Brassica oleracea L. var. acephala* і *Brassica rapa L. var. rapa*. Антиоксидантна активність і здатність зв'язувати вільні радикали досліджених суцвіть обумовлена вмістом у них фенольних сполук і органічних кислот [11].

Проведені *M.-A. Poianf et al.* [12] дослідження доводять, що концентрати з ягід чорниці, агрусу, малини, ожини, вишні та полуниці проявляють різну антиоксидантну активність. Індивідуальна активність концентратів пояснюється певним вмістом фенольних сполук (86.57–217.6 ммоль галової кислоти/л) й антоціанів (8.47–23.58·10³ у розрахунку на ціанідин-3-глюкозид).

Мета дослідження – обґрунтування використання та визначення кількості жмиху розторопші як окремо, так і в поєднанні з бурштиною кислотою для подовження терміну зберігання жиркових начинок вафельних тортів.

Матеріали та методи. Досліджено антиоксидантні властивості порошкоподібних добавок – жмиху розторопші в кількості 0.5 і 1.0 % окремо та в поєднанні з 0.2 % бурштинової кислоти – на кондитерському жирі для вафельних і прохолоджуючих начинок нелауринового типу серії "Віолія" ПАТ "Вінницький олійножировий комбінат".

Дослідження проведено прискорено-кінетичним методом за температури 80±2 °С з вільним доступом кисню повітря. Зміну якості дослідних зразків жиру визначено за нагромадженням пероксидних, карбонільних сполук, які реагують з бензидином, а також вільних жирних кислот.

Розторопша плямиста (*Silybum marianum (L.)*) – вид трав'янистих рослин роду Розторопша родини Айстрові. Поширена в центральній і південній смузі європейської частини СНД, на Кавказі, у південній частині Західного Сибіру, в Середній Азії, Західній Європі, Малій Азії, Північній Африці та південній частині Австралії. В Україні росте як бур'ян на полях, уздовж доріг, на пустирях і в сухих місцях. Часто культивується на городах як декоративна та лікарська рослина.

Плоди розторопші містять значну кількість флаволігнанів (2.7 %), які рідко зустрічаються у природі й залишаються у жмиху після видалення олії, яка використовується як біологічно активна добавка. Флаволігнани, до яких відноситься силімарин, являють собою суміш трьох основних ізомерних сполук – силікрину, силідіаніну і силібініну. Антиокиснювальний ефект силімарину зумовлений його взаємодією з вільними радикалами біомолекул печінки з утворенням

менш агресивних сполук. Завдяки цьому переривається процес пероксидного окиснення ліпідів і не проходить подальше руйнування клітинних структур [13].

Флавоноїди розторопші проявляють значно вищу антиоксидантну активність, ніж токоферол. У жмиху розторопші, крім силімарину, міститься значна кількість інших біологічно активних речовин, зокрема, жиророзчинні вітаміни (переважає вітамін Е), мінеральні речовини, жирні кислоти (табл. 1) [цит. за 14].

Таблиця 1

Хімічний склад жмиху розторопші плямистої, %

Показник	Вміст
Волога	7.20
Білок	21.88
Жир	12.87
Жирні кислоти, з них:	22.00
- ліолева*	61.00
- ліоленова*	1.50
- арахідонова*	2.00
Ефірні олії	0.40
Вуглеводи водорозчинні	0.80
Клітковина	27.38
Зола	6.01
<i>Вітаміни, мг/кг</i>	
Флавоноїди	2.50
Е (токоферол)	47.00
В ₂ (рибофлавін)	1.40
В ₆ (піридоксин)	1.34
В ₁₂ (ціанкобаламін)	1000.00
β-каротин	0.83
<i>Мінеральні елементи, мг/кг</i>	
Цинк	15.70
Ферум	145.70
Магній	3516.00
Кальцій	11200.00
Фосфор	9600.00

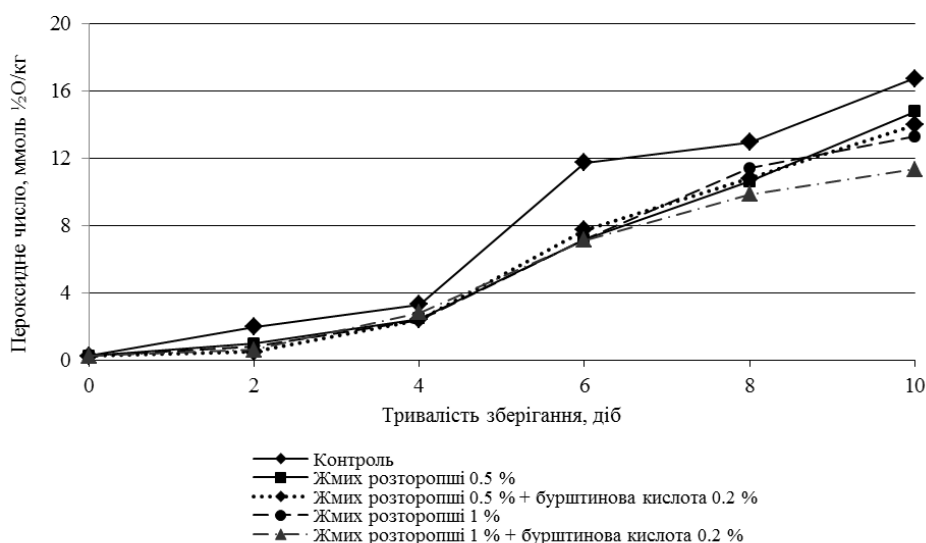
* % від жирних кислот.

Бурштинову кислоту використано як синергіст, яка у поєднанні із антиоксидантами підсилює їх дію.

Результати дослідження. Вплив добавок жмиху розторопші (0.5 % і 1 %) окремо та в поєднанні з бурштиноювюю кислотою (0.2 %) на накопичення пероксидних сполук наведено на *рисунок*.

Під час зберігання відбувалося прискорене накопичення первинних продуктів окиснення, і тільки в кінці спостерігалось помітне сповільнення швидкості цього процесу. Це зумовлено нестійкістю гідроперексидів до дії високих температур із частковим перетворенням первинних продуктів окиснення у вторинні. Із погляду сповільнення процесу окиснення, найоптимальнішою виявилася добавка 1 % жмиху розторопші з 0.2 % бурштинової кислоти. Це уможливило сповільнити

процес окиснювального псування жиру в 1.7 раза після шести діб і в 1.5 раза після десяти діб зберігання порівняно з контрольним зразком.



Вплив жмиху розторопші на зміну пероксидного числа жиру для вафельних начинок при зберіганні за температури 80 ± 2 °С, ммоль $\frac{1}{2}$ О/кг

Разом із пероксидами під час зберігання жиру зростала кількість вільних жирних кислот, що характеризується значенням кислотного числа (табл. 2).

Таблиця 2

Вплив жмиху розторопші на зміну кислотного числа жиру для вафельних начинок при зберіганні за температури 80 ± 2 °С

Добавки, % до маси жиру	Кислотне число жиру, мг КОН	
	за тривалості зберігання, діб	
	5	10
Контроль, 0 %	0.91	2.45
Жмих розторопші 0.5 %	0.87	1.17
Жмих розторопші 0.5 % + бурштинова кислота 0.2 %	0.81	1.04
Жмих розторопші 1.0 %	0.81	0.89
Жмих розторопші 1.0 % + бурштинова кислота 0.2 %	0.55	0.86

Як свідчать отримані дані, після п'яти діб зберігання в жировій суміші з додаванням 1 % жмиху розторопші в поєднанні з 0.2 % бурштинової кислоти кислотне число було в 1.7 раза меншим, ніж у контрольному зразку, а після десяти діб зберігання – у 2.9 раза.

Стабілізуюча активність використаних добавок підтверджується накопиченням вторинних продуктів окиснення – альдегідів, кетонів, оксикислот, які взаємодіють із бензидином (табл. 3). Оптичну густина визначено за довжини хвилі 400 нм.

**Вплив жмиху розторопші на зміну бензидинового числа жиру
для вафельних начинок при зберіганні за температури 80 ± 2 °C**

Добавки, % до маси жиру	Бензидинове число жиру, Е 1%/см	
	за тривалості зберігання, діб	
	5	10
Контроль, 0 %	0.006	0.017
Жмих розторопші 0.5 %	0.005	0.014
Жмих розторопші 0.5 % + бурштинова кислота 0.2 %	0.004	0.011
Жмих розторопші 1 %	0.004	0.012
Жмих розторопші 1 % + бурштинова кислота 0.2 %	0.003	0.009

Найвищу антиоксидантну дію за величиною бензидинового числа після десяти діб зберігання проявила суміш 1.0 % жмиху розторопші з 0.2 % бурштинової кислоти. У цьому зразку жиру накопичилося в 1.9 раза менше карбонільних сполук, які реагують з бензидином. Дещо нижчу ефективність виявила суміш, де жмиху розторопші було вдвічі менше.

Стабілізуючі властивості на десяту добу зберігання жирової суміші для вафельних тортів за температури 80 ± 2 °C проявили усі запропоновані варіанти добавок, проте вищу антиокиснювальну дію мали суміші з синергістом.

Висновки. Експериментально доведено, що речовини жмиху розторопші плямистої у поєднанні з бурштиновою кислотою сповільнюють окиснювальні процеси в кондитерському жирі для вафельних начинок під час зберігання, що підтверджує антиоксидантні властивості цих речовин. Обґрунтовано використання жмиху розторопші (0.5 і 1.0 %) окремо та в поєднанні з 0.2 % бурштинової кислоти для подовження терміну зберігання жирових начинок вафельних тортів.

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. Шатнюк Л. Н., Спиричев В. Б. Витаминно-минеральные обогатители для хлебобулочных и мучных кондитерских изделий. Вопросы питания. 2006. № 3. С. 50—58.
2. Рудавська Г. Б., Тищенко Є. В., Притульська Н. В. Наукові підходи та практичні аспекти оптимізації асортименту продуктів спеціального призначення : монографія. Київ : Київ. нац. торг.-екон. ун-т, 2002. 370 с.
3. Лозова Т. М., Сирохман І. В. Наукове обґрунтування поліпшення споживних властивостей борошняних кондитерських виробів з використанням природної нетрадиційної сировини : монографія. Львів: Львів. торг.-екон. ун-т, 2017. 328 с.
4. Малюк Л. П., Балацька Н. Ю., Дубініна А. А. Технології продуктів харчування з підвищеним вмістом біологічно активних речовин на основі плодів та ягід : монографія. Харків : ХДУХТ, 2014. 178 с.

5. Schirmer M., Jekle M., Arendt E. Physicochemical interactions of polydextrose for sucrose replacement in pound cake. *Food Res. Int.* 2012. Vol. 48, N 1. P. 291—298.
6. Артунян Е. А., Аришева Е. А., Янова Л. И., Захарова И. И., Меламуд Н. Л. Технология переработки жиров. М. : Агропромиздат, 1985. 368 с.
7. Holovko M. P., Penkina N. M., Kolesnyk V. V. Antioxidant properties of some kinds of vegetable raw material. *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies.* 2011. Vol. 4, N 6 (52). P. 9—11.
8. Nogala-Kaluska M., Korczak J., Elmadfa I., Wagner K.-H. Effect of α - and δ -tocopherol on the oxidative stability of a mixed hydrogenated fat under frying conditions. *Eur. Food Res. and Technol.* 2005. Vol. 221, N 3—4. P. 291—297.
9. Biswas A. K., Chalti M. K., Sahoo J. *Food Chem.* 2012. Vol. 133, N 2. P. 467—472.
10. Maznah Ismail, Mariod Abdalbasit, Bagalkotkar Gururaj, Sy Ling Hoe. Fatty acid composition and antioxidant activity of oils from two cultivars of Cantaloupe extracted by supercritical fluid extraction. *Grasas y aceites.* 2010. Vol. 61, N 1. P. 37—44.
11. Sousa C., Taveira M., Valentão P., Fernandes F., Pereira J. A., Estevinho L., Bento A., Ferreres F., Seabra R. M., Andrade P. B. Inflorescences of Brassicacea species as source of bioactive compounds. A comparative study. *Food Chem.* 2008. Vol. 110, N 4. P. 953—961.
12. Poianf M.-A., Bragea M., Moigradean D., Stoin D., Gergen I. Evaluation of antioxidant properties and color structure for some natural concentrates from berries and garden fruits. *Bul. Univ. Agr. Sci. and Vet. Med., Cluj-Napoca. Agr.* 2008. Vol. 65, N 2. P. 351—356.
13. Гельдыш Т. Г. Продукты для повышения адаптивных возможностей организма. *Пищевая пром-сть.* 2005. № 12. С. 58—59.
14. Льдірова С. К., Стіборовський С. Е., Старостеле О. В. Технологія виробів з пісочного тіста з використанням дикорослої розторопші плямистої. *Харчова наука і технологія.* 2010. № 1 (10). С. 91—94.

Стаття надійшла до редакції 04.09.2017.

Syrokhan I., Boydunyk R. Influence of antioxidant additives on the quality of waffle cake fatty fillings.

Background. Waffle cakes contain a significant amount of fat that is why they are characterized by limited resistance to oxidation processes, leading to lower quality and reduced shelf life of products. Scientists are constantly seeking inhibitors of fat oxidation. Herbal antioxidant products are the most promising.

The aim is to justify the use and identify the amount of milk thistle oil cake (0.5 and 1 %) alone and in combination with succinic acid (0.2 %) for the extension of the storage of waffle cake fatty fillings.

Material and methods. The antioxidant properties of milk thistle oil cake (0.5 and 1 %) alone and in combination with succinic acid (0.2 %) on the confectionery fat for waffle and cooling fillings of non lauric type of "Violia" series by PLC Vinnytsia Oil and Fat Integrated Plant were studied.

Research was conducted by rapidly kinetic method at temperature 80 ± 2 °C with free access of atmospheric oxygen. Quality shift of fat samples was determined by accumulation of peroxide and carbonyl compounds, which react with benzidine, and free fatty acids.

Results. Rapid accumulation of primary oxidation products occurred during storage and there was a noticeable slowdown in the speed of the process only at the end

of the storage. This is due to the volatility of hydro peroxides to high temperatures with the partial conversion of primary oxidation products into the secondary ones.

Adding 1 % milk thistle oil cake combined with 0.2 % succinic acid was most optimal in terms of slowing down the oxidation process.

Conclusion. On the basis of the conducted researches, it was found that milk thistle oil cake combined with succinic acid inhibit the oxidative processes in confectionery fats for waffle fillings during storage, which confirms the antioxidant properties of these substances. Using milk thistle oil cake (0.5 and 1 %) alone and in combination with succinic acid (0.2 %) for the extension of the storage of fat wafer fillings cakes was substantiated.

Keywords: wafer cakes, antioxidants, thistle oil cake, peroxidation number, acid number, benzidine number.

REFERENCES

1. *Shatnjuk L. N., Spyrchev V. B.* Vytamynno-myneral'nyye obogatytely dlja hlebobulochnyyh y muchnyyh kondyterskyh yzdeley. *Voprosy pytanyja*. 2006. № 3. S. 50—58.
2. *Rudavs'ka G. B., Tyshhenko Je. V., Prytul's'ka N. V.* Naukovi pidhody ta praktychni aspekty optymizacii' asortymentu produktiv special'nogo pryznachennja : monografija. Kyi'v : Kyi'v. nac. torg.-ekon. un-t, 2002. 370 c.
3. *Lozova T. M., Syrohman I. V.* Naukove obg'runtuvannja polipshennja spo-zhyvnyh vlastyvostej boroshnjanyh kondyters'kyh vyrobiv z vykorystannjam pryrodnoi' netradycijnoi' syrovyny : monografija. L'viv: L'viv. torg.-ekon. un-t, 2017. 328 s.
4. *Maljuk L. P., Balac'ka N. Ju., Dubinina A. A.* Tehnologii' produktiv harchuvannja z pidvyshhenym vmistom biologichno aktyvnyh rehovyn na osnovi plodiv ta jagid : monografija. Harkiv : HDUHT, 2014. 178 s.
5. *Schirmer M., Jekle M., Arendt E.* Physicochemical interactions of polydextrose for sucrose replacement in pound cake. *Food Rex. Int.* 2012. Vol. 48, N 1. P. 291—298.
6. *Artunjan E. A., Arysheva E. A., Janova L. Y., Zaharova Y. Y., Melamud N. L.* Tehnologija pererabotky zhyrov. M. : Agropromydat, 1985. 368 s.
7. *Holovko M. P., Penkina N. M., Kolesnyk V. V.* Antioxidant properties of some kinds of vegetable raw material. *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies*. 2011. Vol. 4, N 6 (52). P. 9—11.
8. *Nogala-Kaluska M., Korczak J., Elmadfa I., Wagner K.-H.* Effect of α - and δ -tocopherol on the oxidative stability of a mixed hydrogenated fat under frying conditions. *Eur. Food Res. and Technol.* 2005. Vol. 221, N 3—4. P. 291—297.
9. *Biswas A. K., Chalti M. K., Sahoo J.* *Food Chem.* 2012. Vol. 133, N 2. P. 467—472.
10. *Maznah Ismail, Mariod Abdalbasit, Bagalkotkar Gururaj, Sy Ling Hoe.* Fatty acid composition and antioxidant activity of oils from two cultivars of Cantaloupe extracted by supercritical fluid extraction. *Grasas u aceites*. 2010. Vol. 61, N 1. R. 37—44.
11. *Sousa C., Taveira M., Valentão P., Fernandes F., Pereira J. A., Estevinho L., Bento A., Ferreres F., Seabra R. M., Andrade P. B.* Inflorescences of Brassicacea species as source of bioactive compounds. A comparative study. *Food Chem.* 2008. Vol. 110, N 4. R. 953—961.
12. *Poianf M.-A., Bragea M., Moigradean D., Stoin D., Gergen I.* Evaluation of antioxidant properties and color structure for some natural concentrates from berries and garden fruits. *Bul. Univ. Agr. Sci. and Vet. Med., Cluj-Napoca. Agr.* 2008. Vol. 65, N 2. R. 351—356.
13. *Gel'dyush T. G.* Produkty dlja povyshenyja adaptivnyyh vozmozhnostej organizma. *Pyshhevaja prom-st'*. 2005. № 12. S. 58—59.
14. *Il'dirova S. K., Stiborovs'kyj S. E., Starostjelje O. V.* Tehnologija vyrobiv z pisochnogo tista z vykorystannjam dykorosloi' roztopshi pljamystoi'. *Harchova nauka i tehnologija*. 2010. № 1 (10). S. 91—94.

НОВІТНІ ТЕХНОЛОГІЇ ХАРЧОВИХ ПРОДУКТІВ

УДК 664.681:641.1

**Михайло КРАВЧЕНКО,
Володимир ПІДДУБНИЙ,
Ольга РОМАНОВСЬКА**

СТРУКТУРНО-МЕХАНІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ БІСКВІТНОГО ТІСТА З БОРОШНОМ "ЗДОРОВ'Я"

Досліджено структурно-механічні властивості бісквітного тіста з борошном "Здоров'я". Визначено вплив і раціональну кількість борошна з пророщеного зерна пшениці (БПЗП) на в'язкість бісквітного тіста та його властивості, а також повну заміну порошку какао на порошок керобу для бісквіту "Прага". Встановлено здатність БПЗП і порошку керобу до стабілізації в'язкості бісквітного тіста.

Ключові слова: бісквіт, в'язкість, структура, швидкість зсуву, крохмаль.

Кравченко М., Поддубный В., Романовская О. Структурно-механические свойства бисквитного теста с мукой "Здоровье". Исследованы структурно-механические свойства бисквитного теста с мукой "Здоровье". Определено влияние и рациональное количество муки из пророщенного зерна пшеницы на вязкость бисквитного теста и его свойства, а также полной замены порошка какао на порошок кэроба для бисквита "Прага". Установлена способность муки из пророщенного зерна пшеницы и порошка кэроба к стабилизации вязкости бисквитного теста.

Ключевые слова: бисквит, вязкость, структура, скорость сдвига, крахмал.

Постановка проблеми. За рівнем споживання кондитерських виробів (15 кг на душу населення на рік) Україна посідає восьме місце в світі. Більша частина з них припадає на борошняні кондитерські вироби (6 кг на душу населення на рік), 41 % з яких становить продукція з бісквітного тіста [1].

Бісквітні вироби належать до висококалорійних харчових продуктів. Саме це зумовлює створення нових видів продукції з підвищеним вмістом білка, харчових волокон, вітамінів, мінеральних речо-

© Михайло Кравченко, Володимир Піддубний, Ольга Романовська, 2017

вин і зниженим вмістом жирів і простих вуглеводів. Водночас важливо не тільки покращення нутрієнтного складу, а й збереження структурно-механічних властивостей бісквітного тіста, які залежать від внутрішньої структури системи. Бісквітне тісто – гетерогенна емульсійна система, що складається з розчину високомолекулярних (яєчного білка, набряклих колоїдів борошна) та низькомолекулярних сполук (сахарози, мінеральних речовин борошна), емульгованого жиру яєчного жовтка, нерозчинних зерен крохмалю.

Виробники бісквітних виробів використовують сировину, яка б сприяла швидкому замішуванню та стійкості бісквітного тіста. Короткочасне замішування збитої яєчно-цукрової суміші з борошном дає змогу зменшити набрякання клейковини, що призводить до підвищення її пружності, унаслідок чого випечений бісквіт стає більш щільної структури. Під час замішування традиційного бісквітного тіста (холодним або гарячим способом) одним із основних водопоглинальних компонентів виступає клейковина пшеничного борошна, яка формує структуру бісквіта.

Після аналізу сучасних літературних джерел було встановлено, що удосконалення існуючих технологій бісквітних напівфабрикатів спрямоване переважно на використання різної нетрадиційної сировини з метою регулювання поживної цінності та підвищення стійкості бісквітного тіста під час виробництва та випікання [2–17].

Як доведено М. М. Калакурою [2], спільне використання подрібнених сирих бульб топінамбура та ксампану стабілізує яєчно-цукрову суміш при виробництві бісквітних напівфабрикатів, сприяє зниженню ефективної в'язкості бісквітного тіста. За даними І. Б. Красиної зі співавторами [3], додавання картопляних харчових волокон і 30 % соєвого напівзнежиреного борошна [4] приводить до зниження в'язкості бісквітного тіста, що авторами відзначається як позитивний ефект.

Науковцями Т. О. Лісовською, Н. В. Чорною та О. Г. Дьяковим [5] встановлено здатність екструдованого кукурудзяного борошна до стабілізації в'язкості бісквітного тіста при зростанні швидкості зсуву в діапазоні 12.0–25.0 с⁻¹, особливо з використанням 50 % такого борошна. Науково обґрунтовано, що застосування борошна з насіння льону замість пшеничного дає змогу отримати більш в'язке бісквітне тісто й зменшити пластичну деформацію готових виробів [6]. Зазначено позитивний вплив додавання в бісквітне тісто борошна 2 гатунку з твердої пшениці, у якої видалено фракцію зародка, завдяки підвищенню в'язкості, що уможливорює стабілізувати структуру тіста та отримати готовий виріб із більшим питомим об'ємом і пористістю [7]. О. В. Макаровою, К. Г. Іоргачовою та О. Н. Котузакі [9] встановлено можливість регулювання в'язкості бісквітного тіста з використанням борошна з різних продуктів переробки гречки: борошно з гідротермічно обробленої крупи підвищує в'язкість за рахунок присутності

харчових волокон і клейстеризованого крохмалю, які володіють великою вологозв'язувальною здатністю, а з необробленої – зменшує.

Отже, дані вимірювань в'язкості, а також способів її регулювання уможливило цілеспрямовано вести технологічний процес з метою отримання бісквітного напівфабрикату із заданими властивостями.

Одним із шляхів вирішення цієї проблеми є розробка та впровадження нових технологій бісквітних виробів із використанням борошна із пророщеного зерна пшениці та порошку кербу [18–20].

Саме тому *мета роботи* – визначення впливу концентрації борошна з пророщеного зерна пшениці та порошку кербу в рецептурах на структурно-механічні властивості бісквітного тіста.

Матеріали та методи. Об'єкт дослідження – тісто для бісквіта основного та з заміною 10, 20, 30, 40, 50 % борошна вищого гатунку на БПЗП; бісквітне тісто для масляного бісквіта "Прага" та із заміною 100 % порошку какао на порошок кербу.

Дослідження проведено на ротаційному віскозиметрі "Реотест-2" на системі циліндрів S_1, S_3 за температури 20 °С [21].

Напругу зсуву і в'язкість розраховано за формулами для відповідних значень швидкості зсуву.

Напругу зсуву τ_r визначено за формулою:

$$\tau_r = z \cdot a,$$

де z – константа циліндра, дин/см²;

a – значення поділки шкали на приладі.

Ефективну в'язкість η визначено за формулою:

$$\eta = \tau_r : D_r \cdot 100,$$

де η – ефективна в'язкість, Па·с;

τ_r – напруга зсуву, дин/см²;

D_r – швидкість зсуву, сек⁻¹.

Результати дослідження. Важливим технологічним показником бісквітного тіста, який зумовлює стійкість піноподібної системи до дії навантажень, є його в'язкість. Ця реологічна характеристика перебуває у тісному взаємозв'язку з внутрішньою будовою бісквітного тіста. Висока структурна в'язкість визначає механічну міцність тіста, тобто створює пружний каркас, що надає системі певні фізико-хімічні властивості твердого тіла. Стабільність бісквітного тіста зумовлена переважно в'язкістю вихідної суміші, що за умови фіксованої температури приготування (20–25 °С) залежить від кількості сухих речовин, присутності вологозв'язувальних рецептурних компонентів, концентрації цукру тощо. Щоб зробити піну більш стійкою і стабілізувати її,

треба ввести до складу поверхнево активні речовини, які здатні підвищувати в'язкість дисперсійного середовища бісквітного тіста. Визначено ефективну в'язкість тіста для бісквіта основного (рис. 1–3) та бісквіта "Прага" (рис. 4; 5) за різних зсувних деформацій залежно від вмісту БПЗП і порошку керобу.

За отриманими даними щодо кривих течії тіста для бісквіта основного за вмістом БПЗП від 0 до 50 % у всіх зразках встановлено (див. рис. 1) зниження в'язкості із збільшенням швидкості зсуву, що добре узгоджується з відомими науковими працями [2–12] та дає змогу віднести цю полідисперсну систему до неньютонівських рідин.

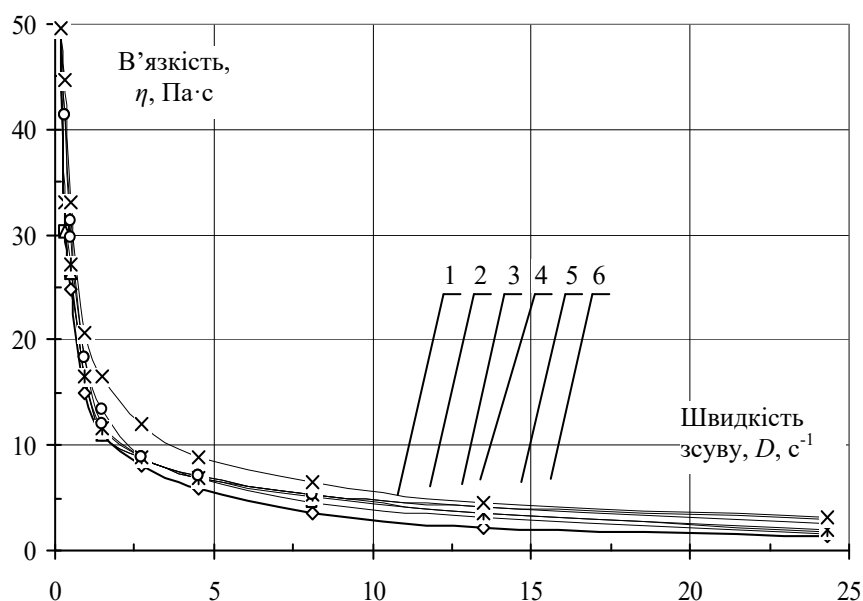


Рис. 1. Залежність ефективної в'язкості тіста для бісквіта основного від швидкості зсуву за вмістом БПЗП, %:
1 – 0 (контроль); 2 – 10; 3 – 20; 4 – 30; 5 – 40; 6 – 50

Згідно з представленими результатами встановлено загальну тенденцію, яка полягає у незначному підвищенні в'язкості тіста для бісквіта основного при заміні борошна пшеничного на борошно з пророщеного зерна пшениці в межах від 10 до 50 % відносно контролю. Так, за вивчених зсувних деформацій від 0.167 до 24.3 с⁻¹ в'язкість досліджуваного тіста (контролю) знижується від 49.6 до 1.4 Па·с. Заміна борошна пшеничного на БПЗП у межах від 10 до 50 % призводить до зменшення в'язкості в тих же межах, а саме – з 49.6 до 1.59–3.09 Па·с.

При вивченні залежності ефективної в'язкості тіста для бісквіта основного від вмісту БПЗП за фіксованої швидкості зсуву 24.3 с⁻¹ (див. рис. 2) виділено дві ділянки – в межах 0–30 та 30–50 % заміни борошна пшеничного на БПЗП, за яких спостерігається різна інтенсив-

ність підвищення ефективної в'язкості. Так, у першому інтервалі підвищення в'язкості відбувається на 40.8 % (з 1.42 до 2.00 Па·с), а в другому – на 50 % (з 2.00 до 3.00 Па·с).

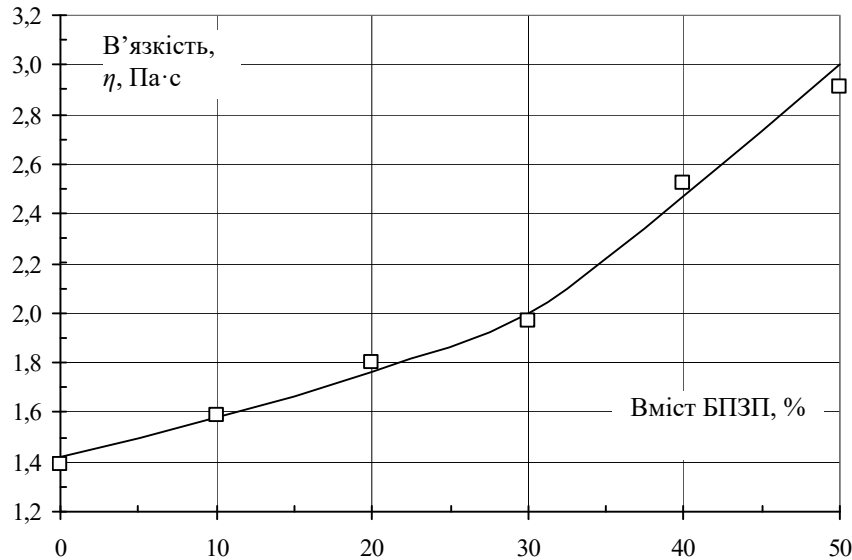


Рис. 2. Залежність ефективної в'язкості тіста для бісквіта основного від вмісту БПЗП за швидкості зсуву 24.3 c^{-1}

Підвищення в'язкості тіста для бісквіта основного за вмісту БПЗП вище 30 % є небажаним, оскільки ускладнюється процес перемішування, тісто гірше формується, знижується його стійкість. Унаслідок цього зменшується питомий об'єм і пористість випечених бісквітних напівфабрикатів, що було підтверджено проведеним пробним випіканням.

Вивченням закономірностей поведінки напруги зсуву тіста для бісквіта основного із заміною пшеничного борошна на БПЗП у кількості 30 % (див. рис. 3) встановлено збільшення цього показника на 8.2–17.4 % відносно контролю при швидкостях зсуву від 0.17 до 72.9 c^{-1} . Тобто при однакових зсувних деформаціях руйнування структури тіста для бісквіта основного настає за більшого механічного впливу. Це пояснює підвищення стійкості бісквітного тіста до дії руйнівних навантажень.

Характерною відмінністю технології тіста для бісквіту "Прага" від тіста для бісквіта основного є інше співвідношення основних рецептурних компонентів, внесення вершкового масла, а також дещо знижений вміст сухих речовин у тісті (59.1–59.9 % проти 62.0–62.8 %).

Наведена специфіка тіста для бісквіту "Прага" пояснює нижчі значення його ефективної в'язкості (див. рис. 4, поз. 1) в інтервалі швидкостей зсуву від 0.167 до 24.3 c^{-1} , що лежить у межах $44.6\text{--}1.2 \text{ Па}\cdot\text{с}$.

При дослідженні ефективної в'язкості бісквітного тіста з вмістом 30 % БПЗП і порошком керобу встановлено незначне зниження в'язкості в межах 43.21–1.20 Па·с (див. рис. 4, поз. 4) відносно контролю.

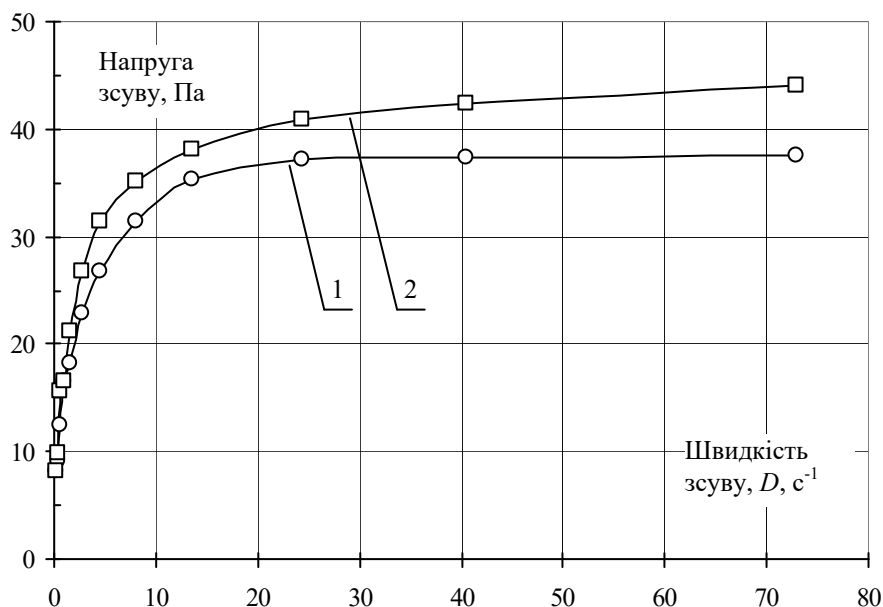


Рис. 3. Залежність напруги зсуву від швидкості зсуву для тіста бісквіта основного:
1 – контроль; 2 – із заміною 30 % пшеничного борошна на БПЗП

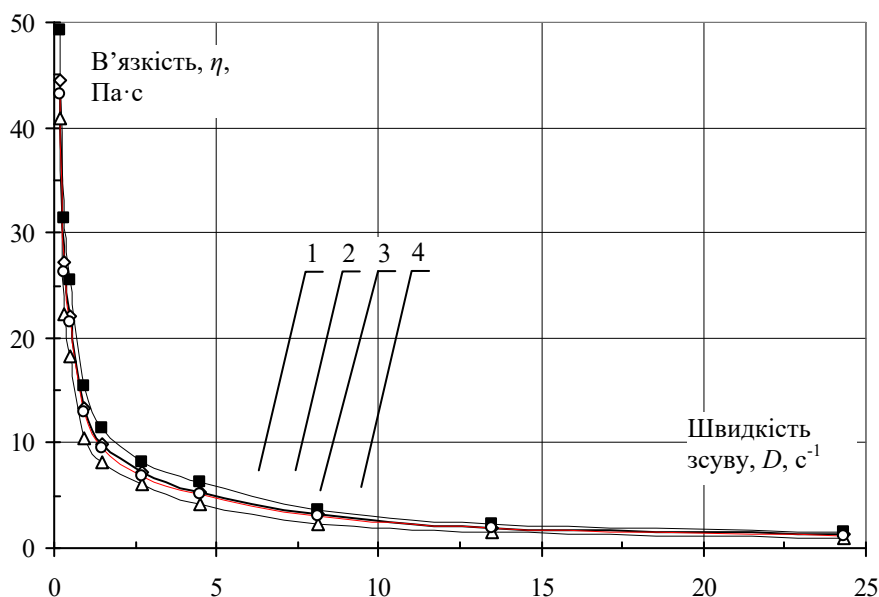


Рис. 4. Залежність ефективної в'язкості тіста для бісквіта "Прага" від швидкості зсуву:
1 – контроль; 2 – із заміною 30 % пшеничного борошна на БПЗП;
3 – із заміною порошку какао на порошок керобу; 4 = 2+3

Порівняльним аналізом ефективної в'язкості зазначених зразків тіста (див. *рис. 5*) за фіксованої швидкості зсуву 24.3 c^{-1} доведено, що використання БПЗП приводить до підвищення в'язкості на 15.3 % (з 1.24 до 1.43 Па·с), заміна порошку какао на порошок керобу обумовлює зниження в'язкості на 17.7 % (з 1.24 до 1.02 Па·с), а зразок, в якому одночасно використовується БПЗП і порошок керобу, має в'язкість на 3.2 % нижчу за контроль, а саме – 1.20 Па·с.

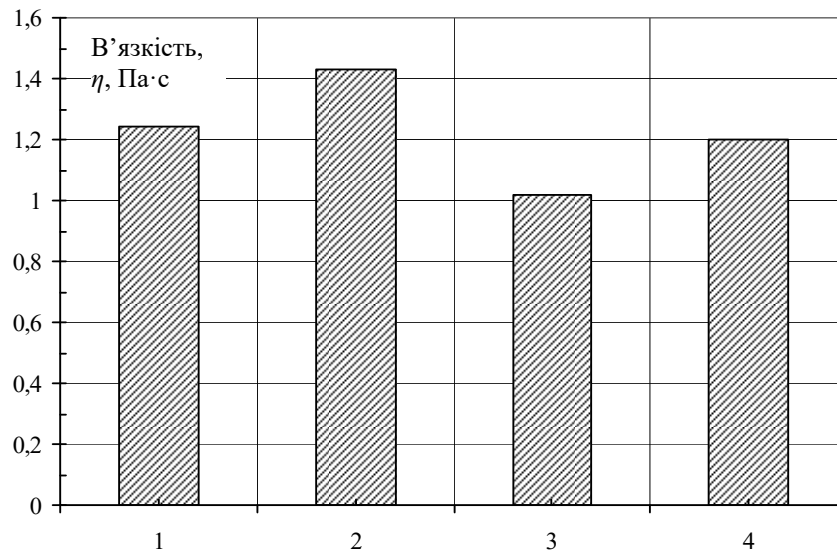


Рис. 5. Залежність ефективної в'язкості тіста для бісквіта "Прага" за швидкості зсуву 24.3 c^{-1} :

1 – контроль; 2 – із заміною 30 % пшеничного борошна на БПЗП; 3 – із заміною порошку какао на порошок керобу; 4 = 2+3

Отже, при однаковому значенні швидкості зсуву руйнування структури наступає при менших значеннях напруги зсуву. Очевидно, через високий вміст моносахаридів і низький вміст вологозатримувальних компонентів у порошок керобу його додавання здійснює дестабілізуючий ефект на структурно-механічні властивості пінної структури бісквітного тіста за рахунок розрідження системи.

Висновки. За розробленою технологією доведено можливість і доцільність використання БПЗП та порошку керобу в рецептурах бісквітного тіста. Заміна 30 % борошна пшеничного на БПЗП у тісті для бісквіта основного підвищує його ефективну в'язкість і уможливорює отримати більш стійку до зсувних напружень піноподібну систему. Заміна в тісті для бісквіта "Прага" 30 % борошна пшеничного на БПЗП і порошку какао на порошок керобу дає змогу отримати тісто за реологічними показниками, які не поступаються контролю.

Наступним етапом роботи буде дослідження впливу БПЗП і порошку керобу на поживну цінність випечених бісквітних напівфабрикатів.

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. *Огляд кондитерського ринку України.* URL : <https://webcache.googleusercontent.com/search?q=cache:FFd2-sldfrMJ:https://pro-consulting.ua/ua/issledovanie-rynka/analiz-rynka-konditerskih-izdelij-ukrainy-2017-god+&cd=2&hl=ru&ct=clnk&gl=ua>.
2. *Калакура М. М.* Вплив топінамбуру та ксампану на реологічні властивості бісквітного тіста. Наукові праці ОНАХТ. 2008. № 30, Т. 2. С. 217—222.
3. *Красина И. Б., Хандамова Т. С., Ткачева Ю. Н.* Разработка технологии функционального бисквита с применением пищевых волокон. Харчова наука і технологія. 2014. № 1 (26). С. 8—12.
4. *Киселев В. М., Григорьева Р. З., Зоркина Н. Н.* Разработка рецептуры и технологии бисквитного полуфабриката повышенной пищевой ценности. Техника и технология пищевых производств. 2010. № 4. С. 15—20.
5. *Лисовська Т. О., Чорна Н. В., Дьяков О. Г.* Дослідження реологічних властивостей бісквітного тіста з використанням екструдованого кукурудзяного борошна. Вост.-Европейский журн. передовых технологий. 2016. № 2 (11). С. 19—23.
6. *Алексеев Г. В., Красильников В. Н., Киреева М. С.* Исследование структурно-механических свойств бездрожжевого бисквитного теста на основе полножирной муки из семян льна. Вестн. междунар. академии холода. 2014. № 2. С. 69—73.
7. *Сергачева Е. С.* Исследование влияния нетрадиционного сырья на качество выпеченных полуфабрикатов. URL : <https://cyberleninka.ru/article/n/issledovanie-vliyaniya-netraditsionnogo-syrya-na-kachestvo-vypechennyh-polufabrikatov>.
8. *Йовбак У. С., Оболкіна В. І., Крапивницька І. О.* Застосування пектино-вмісної овочевої сировини під час виробництва комбінованих борошняних кондитерських виробів. Обладнання та технології харчових виробництв. 2013. № 30. С. 69—75.
9. *Макарова О. В., Иоргачева Е. Г., Котузаки Е. Н.* Свойства бисквитных полуфабрикатов на основе муки из продуктов переработки гречки. Харчова наука і технологія. 2011. № 1. С. 47—50.
10. *Iorgachova K., Makarova O., Kotuzaki E.* The influence of gluten-free flours on the quality indicators of biscuit semi-finished products. Зернові продукти і комбікорми. 2011. Vol. 64, Iss. 4. P. 16—21.
11. *Липатов И. Б.* Разработка технологии и рецептур изделий из бисквитного и дрожжевого теста с использованием альгинатов и ламинарии : автореф. дис. ... канд. техн. наук. СПб., 2004. 20 с.
12. *Иоргачева Е. Г., Гордиенко Л. В., Капетула С. М.* Структурно-механические свойства разных видов бисквитных полуфабрикатов. Харчова наука і технологія. 2009. № 1 (6). С. 84—88
13. *Dickinson E.* Food emulsions and foams: Stabilization by particles. Current Opinion in Colloid & Interface Science. 2010. Vol. 15, Iss. 12. P. 40—49.
14. *Foaming and rheological properties of the liquid phase extracted from wheat flour dough.* URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0268005X14001866#undfig1>.

15. *Functional*, physicochemical and sensory properties of novel cookies produced by utilizing underutilized jering (Pithecellobium jiringa Jack.) legume flour. URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2212429216300165>.
16. *Functional* properties and biscuit making potential of soybean and cassava flour blends. URL : https://www.researchgate.net/profile/Michael_Ukwuru/publication/226264007_Functional_properties_and_biscuit_making_potential_of_soybean_and_cassava_flour_blends/links/5981edb7aca2728abee890d0/Functional-properties-and-biscuit-making-potential-of-soybean-and-cassava-flour-blends.pdf.
17. *Effect* of Mixing Period and Additives on the Rheological Characteristics of Dough and Quality of Biscuits. URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0733521096900818>.
18. Пат. 75226, МПК А21D 2/00. Спосіб отримання борошна з зерна пшениці, пророщеного у розчині морської харчової солі. Заявник та патентовласник М. Ф. Кравченко, М. Ю. Криворучко, Т. М. Поп, А. В. Антоненко, О. Ю. Гаврилюк (UA). № у 2014 05636 ; заявл. 08.05.2012 ; опубл. 26.11.2012, Бюл. № 22.
19. *Кравченко М.*, Романовська О. Вплив борошна "Здоров'я" на реологічні характеристики клейковини борошняних сумішей. Товари і ринки. 2016. № 1 (21). С. 177—184.
20. *Yousif A. K.*, Alghzawi H. M. Processing and characterization of carob powder. Food Chemistry. 2000. Vol. 69 (3). P. 283—287.
21. *Арем В. А.*, Николаев Б. Л., Забровский Г. К., Николаев Л. К. Реологические основы расчета оборудования для производства жиросодержащих пищевых продуктов. СПб. : СПбГУН и ПТ, 2007. 272 с.

Стаття надійшла до редакції 25.09.2017.

Kravchenko M., Piddubnyy V., Romanovskaya O. Structural and mechanical properties of egg sponge dough with flour "Zdorovia".

Background. Having analysed the modern references it was established that improvement of the existing technologies of biscuit semi-finished products is directed mainly to using various nonconventional raw materials to regulation the nutritional value and increase stability of egg sponge during production and baking [1–17].

Technological process for the purpose of receiving a biscuit semi-finished product with the set properties allows to conduct its regulations given measurements of viscosity and ways purposefully.

The aim of the work is to define the influence of concentration of flour from germinated seed of wheat (FGSW) and the powder of kerob in compoundings on structural and mechanical properties of egg sponge.

Material and methods. Research object is dough for the basic biscuit and with replacement 10, 20, 30, 40, 50 % of high-grade flour for FGSW; egg sponge for an butter biscuit "Praga" and with replacement of 100 % of powder of cocoa with the powder of kerob.

The research is conducted on the rotational *Reotest-2* viscometer on the system of S, S₃ cylinders at a temperature of 20 °C [20].

Shift tension τ_r is determined by a formula:

$$\tau_r = z \cdot a,$$

where z is a constant of the cylinder, dynes/cm²;
 a – value of division of a scale of the device.

The viscosity η was determined by a formula:

$$\eta = \tau_r : D_r \cdot 100,$$

where η is effective viscosity,
Pa · c, τ_r – tension of shift, dynes/cm²,
 D_r – shift speed, c⁻¹.

Results. By results of a research the general tendency of insignificant increase in viscosity of dough for a basic biscuit when replacing wheat flour by FGSW ranging from 10 up to 50 % concerning control was established. At the fixed speed of shift 24.3 s⁻¹ (figure 2) two sites – within 0–30 and 30–50 % of replacement of wheat flour for FGSW at which various intensity of increase in effective viscosity is observed were identified. So, in the first interval increase in viscosity is by 40.8 % (from 1.42 up to 2.00 Pas·c), and in the second by 50 % (from 2.00 up to 3.00 Pas·c).

The specifics of dough for a biscuit "Praga" explain low values of its effective viscosity (see figure 4, poses. 1) in the range of speeds of shift from 0.167 to 24.3 s⁻¹ that lies within 44.6–1.2 Pas·c.

While researching the effective viscosity of egg sponge containing 30 % of FGSW and the powder of kerob insignificant decrease in viscosity within 43.21–1.20 Pas·s was established with (see figure 4, poses. 4) concerning control.

Conclusion. Due to the developed technology an opportunity and expediency of using FGSW and the powder of kerob in compoundings of egg sponge was proved. Replacement of 30 % of wheat flour by FGSW in the test for a biscuit of the basic increases its effective viscosity and allows to receive foamy system, steadier to shift tension. Replacement in the test for a biscuit "Praga" of 30 % of wheat flour for FGSW and cocoa powder on the powder of kerob allows to receive dough with the rheological indicators which aren't conceding control.

Keywords: biscuit, viscosity, structure, shift speed, starch.

REFERENCES

1. *Ogljad* kondyters'kogo rynku Ukrainy. URL : <https://webcache.googleusercontent.com/search?q=cache:FFd2-sIdfrMJ:https://pro-consulting.ua/ua/issledovanie-rynka/analiz-rynka-konditerskih-izdelij-ukrainy-2017-god+&cd=2&hl=ru&ct=clnk&gl=ua>.
2. *Kalakura M. M.* Vplyv topinamburu ta ksampanu na reologichni vlastyvoli biskvitnogo tista. *Naukovi praci ONAHT.* 2008. № 30. T. 2. S. 217–222.
3. *Krasina I. B., Handamova T. S., Tkacheva Ju. N.* Razrabotka tehnologii funkcional'nogo biskvita s primeneniem pishhevyh volokon. *Harchova nauka i tehnologija.* 2014. № 1 (26). S. 8–12.
4. *Lisovs'ka T. O., Chorna N. V., D'jakov O. G.* Doslidzhennja reologichnyh vlastyvolej biskvitnogo tista z vykorystannjam ekstrudovanogo kukurudzjanogo boroshna. *Vost.-Evropejskij zhurn. peredovyh tehnologij.* 2016. № 2 (11). S. 19–23.
5. *Alekseev G. V., Krasil'nikov V. N., Kireeva M. S.* Issledovanie strukturno-mehaničeskikh svojstv bezdrozhzhevoogo biskvitnogo testa na osnove polnozhirnoj muki iz semjan l'na. *Vestn. mezhdunar. akademii holoda.* 2014. № 2. S. 69–73.

6. *Sergacheva E. S.* Issledovanie vlijaniya netradicionnogo syr'ja na ka-chestvo vypechennyh polufabrikatov. URL : <https://cyberleninka.ru/article/n/issledovanie-vliyanija-netraditsionnogo-syrya-na-kachestvo-vypechennyh-polufabrikatov>.
7. *Jovbak U. S., Obolkina V. I., Krapyvnyč'ka I. O.* Zastosuvannja pektyno-vmisnoi' ovochevoi' syrovyny pid chas vyrobnyctva kombinovanyh boroshnjanyh kondyters'kyh vyrobiv. *Obladnannja ta tehnologii' harchovyh vyrobnyctv.* 2013. № 30. S. 69—75.
8. *Makarova O. V., Iorgacheva E. G., Kotuzaki E. N.* Svoystva biskvitnyh polufabrikatov na osnove muki iz produktov pererabotki grechki. *Harchova nauka i tehnologija.* 2011. № 1. S. 47—50.
9. *Iorgachova K., Makarova O., Kotuzaki E.* The influence of gluten-free flours on the quality indicators of biscuit semi-finished products. *Zernovi produkty i kombikormy.* 2011. Vol. 64, Iss. 4. R. 16—21.
10. *Lipatov I. B.* Razrabotka tehnologii i receptur izdelij iz bis-kvitnogo i drozhzhevogo testa s ispol'zovaniem al'ginatov i laminarii : avtoref. dis. ... kand. tehn. nauk. SPb., 2004. 20 s.
11. *Iorgacheva E. G., Gordienko L. V., Kapetula S. M.* Strukturno-meha-nicheskie svoystva raznyh vidov biskvitnyh polufabrikatov. *Harchova nauka i tehnologija.* 2009. № 1 (6). S. 84—88
12. *Dickinson E.* Food emulsions and foams: Stabilization by particles. *Current Opinion in Colloid & Interface Science.* 2010. Vol. 15, Iss. 12. P. 40—49.
13. *Foaming and rheological properties of the liquid phase extracted from wheat flour dough.* URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0268005X14001866#undfig1>.
14. *Functional, physicochemical and sensory properties of novel cookies produced by utilizing underutilized jering (Pithecellobium jiringa Jack.) legume flour.* URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2212429216300165>.
15. *Functional properties and biscuit making potential of soybean and cassava flour blends.* – URL : https://www.researchgate.net/profile/Michael_Ukwuru/publication/226264007_Functional_properties_and_biscuit_making_potential_of_soybean_and_cassava_flour_blends/links/5981edb7aca2728abee890d0/Functional-properties-and-biscuit-making-potential-of-soybean-and-cassava-flour-blends.pdf.
16. *Effect of Mixing Period and Additives on the Rheological Characteristics of Dough and Quality of Biscuits.* URL : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0733521096900818>.
17. Pat. 75226, MPK A21D 2/00. Sposib otrymannja boroshna z zerna pshenyци, proroshhenogo u rozchyni mors'koi' harchovoi' soli. Zajavnyk ta patentovlasnyk M. F. Kravchenko, M. Ju. Kryvoruchko, T. M. Pop, A. V. Antonenko, O. Ju. Gavryljuk (UA). № u 2014 05636 ; zajavl. 08.05.2012 ; opubl. 26.11.2012, Bjul. № 22.
18. *Kravchenko M., Romanovs'ka O.* Vplyv boroshna "Zdorov'ja" na reologichni harakterystyky klejkovyny boroshnjanyh sumishej. *Tovary i rynky.* 2016. № 1 (21). S. 177—184.
19. *Yousif A. K., Alghzawi H. M.* Processing and characterization of carob powder. *Food Chemistry.* 2000. Vol. 69 (3). P. 283—287.
20. *Aret V. A., Nikolaev B. L., Zabrovskij G. K., Nikolaev L. K.* Reolo-gicheskie osnovy rascheta oborudovanija dlja proizvodstva zhiro-soderzhashhih pishhevych produktov. SPb. : SPbGUN i PT, 2007. 272 s.

**Вікторія ГНІЦЕВИЧ,
Надія ЧИКУН,
Юлія ГОНЧАР**

КІНЕТИКА ФЕРМЕНТОЛІЗУ ЛАКТОЗИ МОЛОЧНОЇ СИРОВАТКИ

Для вирішення проблеми створення низьколактозних харчових продуктів удосконалено технологію видалення лактози з молочної сироватки. Досліджено вплив температури, часу, рН середовища, наявності активаторів на процес ферментативного гідролізу лактози молочної сироватки. Доведено, що раціональними умовами процесу є $t=50^{\circ}\text{C}$, рН 5–5.5, а введення 2%-го розчину CaCO_3 сприяє активізації ферментолізу лактози.

Ключові слова: підсирна сироватка, температура, рН, фермент мікробного походження, лактоза.

Гнищевич В., Чикун Н., Гончар Ю. Кинетика ферментализа лактозы молочной сыворотки. Для решения проблемы создания низьколактозных пищевых продуктов усовершенствована технология удаления лактозы из молочной сыворотки. Исследовано влияние температуры, времени, рН среды, наличия активаторов на процесс ферментативного гидролиза лактозы молочной сыворотки. Доказано, что рациональными условиями процесса является $t=50^{\circ}\text{C}$, рН 5–5.5, а введение 2%-го раствора CaCO_3 способствует активизации ферментализа лактозы.

Ключевые слова: подсырная сыворотка, температура, рН, фермент микробного происхождения, лактоза.

Постановка проблеми. Сьогодні в усьому світі продовжує зростати інтерес до вторинної молочної сировини. Передусім це стосується технологій глибокої переробки молочної сироватки – цінного продукту переробки молока, що утворюється при виробництві твердого та кисломолочного сиру, казеїну. Із молочною сироваткою втрачається до 30 % білків молока, а також майже 95 % високоякісного молочного цукру лактози. Понад 54 % обсягу виробництва натуральної сироватки – це підсирна (солodka) сироватка. Друге місце належить сироватці, отриманій від виробництва кисломолочного сиру, і не більше 1 % становить казеїнова сироватка [1; 2].

На сьогодні в Україні обсяги сироватки всіх видів становлять майже 200 т/рік. Більше половини її ресурсів – 59 % – продають підприємствам агропромислового комплексу як корм для худоби, понад 20 % – зливають в каналізаційні системи, приблизно 25 % – відправляють на подальшу переробку з метою отримання продуктів

для експорту [3]. Щороку в Євросоюзі молочна промисловість виробляє 75 млн т сироватки, майже 40 % обсягу утилізується. Для вирішення проблеми збуту сироватки як побічного продукту молочної галузі Європейською асоціацією сироваткових продуктів (EWPA) прийнято Спеціальну програму [4].

Саме тому переробка вторинної молочної сировини, зокрема сироватки, є актуальним завданням. Дослідження в цьому напрямі перспективні – їх успішне завершення уможливить розробити низку нових ефективних технологій.

Основними напрямками промислової переробки молочної сироватки й використання її в ЄС, США та Україні є виробництво: молочного цукру-сирцю, сироватки згущеної без цукру, сироватки згущеної із цукром, сухої молочної сироватки, модифікованих продуктів із молочної сироватки – демінералізованої сироватки, зі зниженим вмістом лактози та концентрату сироваткових білків [1; 3; 5]. Розроблено низку технологій напівфабрикатів і кулінарної продукції для підприємств ресторанного бізнесу [6; 7].

Переробка молочної сироватки, незважаючи на численні розробки в цій сфері, стримується з багатьох причин – висока швидкість псування, низька стійкість вироблених продуктів, непереносимість людьми з низькою лактозною активністю продуктів на основі молочної сироватки, віддаленість місць отримання сировини від місць збуту цієї продукції, труднощі, пов'язані з її транспортуванням, незначні інвестиції в молочну промисловість, відсутність коштів на впровадження сучасних технологій і закупівлю обладнання, м'який контроль екологічної служби щодо фактів скидання сироватки в стічні води.

Вирішення проблеми непереносимості лактози є найбільш складним і можливе декількома шляхами. Згідно з визначенням, наведеним у Кодексі Управління з санітарного нагляду за якістю харчових продуктів і медикаментів США (FDA), "сироватка зі зниженим вмістом лактози – це речовина, яку отримують шляхом видалення лактози з сироватки". Найбільш поширеними методами видалення лактози є фізичні методи (осадження, фільтрація, або діаліз) [5]. Серед біологічних методів переробки сироватки переважає ферментативний гідроліз лактози до глюкози і галактози з отриманням продуктів зі зниженим вмістом молочного цукру. Цей метод знайшов широке промислове застосування в різних галузях виробництва в США, Франції, Фінляндії, Австралії [4; 5].

Одним із перспективних напрямів, які розширюють сферу застосування сироватки, є отримання низьколактозних продуктів при використанні ферментних препаратів направленої дії, зокрема на основі пропіоновокислих бактерій роду *Propioni bacterium freudenreichii* підвиду *shermanii*. Унаслідок процесу ферментування сироватка в значній мірі збагачується цінними продуктами метаболізму: вітамі-

нами групи В, органічними кислотами, ферментами, імунними тілами та іншими біологічно активними речовинами [6].

Над питанням культивування бактерій роду *Propioni bacterium freudenreichii* підвиду *shermanii* в поживному середовищі молочної сировини працювали науковці Л. І. Воробйова, А. С. Погосян, Є. П. Рижкова, І. С. Хамагаєва, Л. М. Качаніна, G. Jan та інші [8–12]. Результатом діяльності вітчизняних учених стало розроблення низки технологій кисломолочних продуктів і напоїв для дитячого та дієтичного харчування шляхом культивування виключно пропіоновокислих бактерій або з додаванням молочнокислих, оцтовокислих бактерій і стрептококів. У своїх дослідженнях науковці надавали увагу оптимальним умовам розвитку бактерій, їх колонієутворювальній здатності й культивуванню в шлунково-кишковому тракті людини та ступеню симбіотичної дії. Над питанням інтенсифікації накопичення вітаміну В₁₂ бактеріями роду *Propioni bacterium freudenreichii* підвиду *shermanii*, оброблених ультразвуком, працювали Б. С. Шершенков [13]. Водночас без уваги залишилося питання гідролізу лактози з утворенням низьколактозних або безлактозних продуктів переробки молочної сировини, зокрема на основі сироватки.

Мета роботи – дослідження впливу температури, рН середовища, концентрації внесеного ферментного препарату та часу на вміст лактози в молочній сироватці.

Матеріали та методи. Предмет дослідження – підсирна сепарована сироватка фермерського господарства. Ферментний препарат направленої дії "ЧізПроПропіоні" (Італія).

Вміст лактози визначено рефрактометричним методом, заснованим на вимірюванні показника заломлення прозорих розчинів лактози, отриманих при осадженні молочних білків і жирів розчином хлориду кальцію та при центрифугуванні [14]. Показник заломлення складається з показників заломлення води (1.3330) та складових частин знежиреної молочної сироватки – лактози, сироваткових білків, солей та інших компонентів. Молочний жир перебуває у стані емульсії й на показник заломлення не впливає. Умовно приймають, що частка показника заломлення, яка припадає на мінеральні солі та інші сполуки, – величина постійна, тому його зміни в молоці обумовлені наявністю білків і лактози. Звідси випливає, що у безбілкової сироватки цей показник обумовлюється лише масовою часткою лактози. Повторюваність дослідів і аналізів трикратна.

За сукупними даними дослідників різних наукових шкіл оптимальними в нормалізованому за вмістом жиру молоці визначено такі граничні умови активності бактерій роду *Propioni bacterium freudenreichii* підвиду *shermanii*: $t = 15\text{--}40\text{ }^{\circ}\text{C}$, рН 4.6–8.0 (оптимум відповідає показнику рН 6.5–7.0), $C = 0.3\text{ г на } 10\text{ л}$, $\tau = 24\text{--}48\text{ год}$ [11; 12]. Для дослідження результатів діяльності ферментного препарату "ЧізПро-

Пропіоні" на основі бактерій роду *Propionibacterium freudenreichii* підвиду *shermanii* запропоновані умови обрано як базові.

За рекомендаціями дослідників [6] найбільш сприятливим джерелом вуглеводів для синтезу є глюкоза, хоча бактерії добре ростуть на лактозі, лактаті, піруваті, гліцерині. Задля досягнення цілі – зменшення вмісту лактози – додавання смако-ароматичних речовин на основі сахарози передбачається після завершення процесу ферментативного гідролізу лактози. Визначено, що ріст пропіоновокислих бактерій в молочній сироватці активізується при додаванні до неї 2 % карбонату кальцію. Для підтвердження цієї залежності проведено паралельні досліди з внесенням розчину карбонату кальцію до досліджуваних зразків молочної сироватки та без нього.

Із метою регулювання рН середовища використано 2 н розчин NH_4OH , для підтримання незмінних температурних параметрів (15, 40 і 50°C) ферментування досліджуваних зразків проведено в термостатах лабораторних сухоповітряних ТВ-80. Для побудови тренду розвитку, піку діяльності та завершення процесу ферментативного гідролізу лактози молочної сироватки вимірювання результатів проведено через кожну годину протягом 22 годин.

Результати досліджень. Установлено, що початковий вміст лактози в молочній сироватці сепарованій становить – 5.7 %.

Експериментальні дослідження проведено в кілька етапів. На першому етапі досліджено вплив рН середовища на перебіг процесу ферментолізу за незмінної $t=50^\circ\text{C}$ (рис. 1).

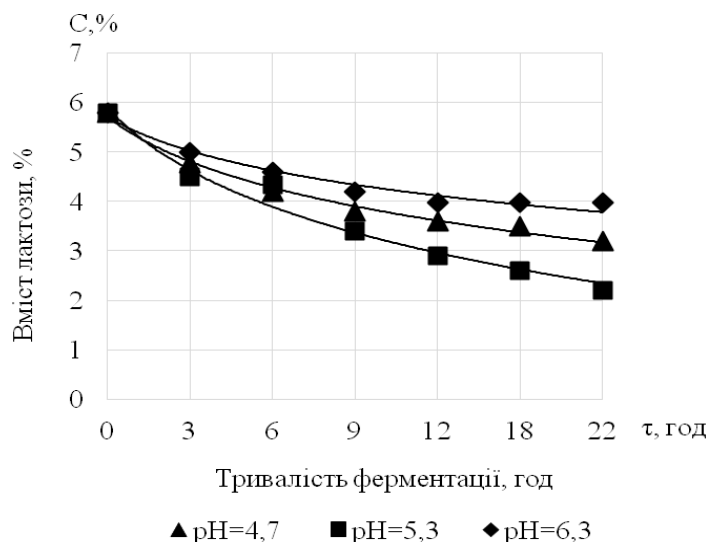


Рис. 1. Вплив рН середовища на вміст лактози

Установлено, що змінення значень рН середовища в рекомендованих межах рН 4.6–6.5 впливає на активність роботи ферментів. Підвищення значень рН середовища з 4.7 до 5.3 приводить до акти-

вації ферментолізу, водночас вміст лактози зменшується з 5.7 до 2.4 %. Подальше підвищення рН до 6.3 незначно активізує процес. Для всіх дослідів процес стабілізується на 12-й годині. Отже, для подальших досліджень використано рН 5.3.

На наступному етапі досліджено вплив температури в інтервалі 15–50 °С на кінетику ферментолізу лактози за незмінного значення рН 5.3 (рис. 2).

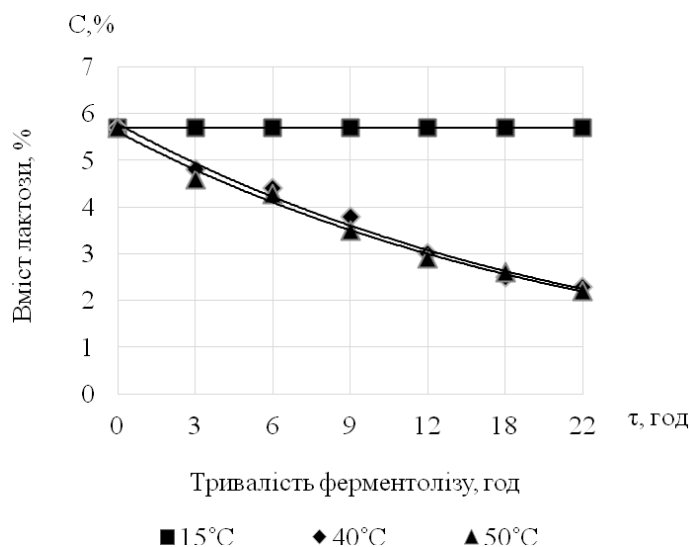


Рис. 2. Вплив температури на вміст лактози

У результаті проведення досліджень за $t = 15\text{ }^{\circ}\text{C}$ протягом 22 годин встановлено, що за таких умов ферментативний гідроліз не починається. У досліджуваних зразках за $t = 40\text{ }^{\circ}\text{C}$ і $t = 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ процес ферментування молочної сироватки відбувається однаково активно. Водночас за $t = 40\text{ }^{\circ}\text{C}$ досліджувані зразки мають неприємний сивушний запах, що не може бути прийнятним для виробництва харчової продукції на основі безлактозної сироватки через свої незадовільні органолептичні властивості. Характерний сивушний запах продукту надають вищі спирти, що утворюються унаслідок спиртового бродіння за $t = 40\text{ }^{\circ}\text{C}$. За $t = 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ дослідні зразки мали приємний молочно-горіховий аромат.

Як було зазначено, процес пропіоновокислого бродіння протікає більш інтенсивно за наявності каталізуючих речовин. У зв'язку з цим досліджено процес ферментолізу лактози в присутності 2 %-го розчину CaCO_3 в кількості 0.001 % за незмінних $t = 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ та рН 5.3. Як контроль обрано сироватку без каталізатора (рис. 3).

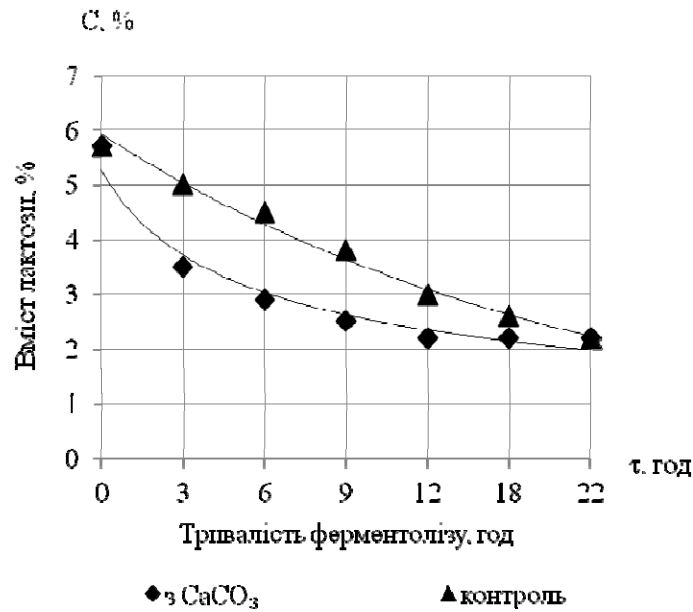


Рис. 3. Вплив CaCO₃ на вміст лактози, %

Установлено, що внесення 2%-го розчину CaCO₃ активізувало початок ферментативного гідролізу, процес прискорився майже вдвічі. Активізуюча дія розчину CaCO₃ заснована на тому, що він відновлює дисульфідні зв'язки ферменту в сульфгідрильні, необхідні для прояву ферментом своєї каталітичної активності. За такої умови сам активатор окислюється за рахунок перетворення сульфгідрильних зв'язків у дисульфідні. Процес стабілізувався на 8–9-й годині, а контроль, як і в попередніх випадках, – на 12-й годині. За подальших випробувань для всіх зразків вміст лактози залишався на рівні 2.0–2.2 %.

Висновки. На основі проведених експериментальних досліджень визначено, що за $t = 50\text{ }^{\circ}\text{C}$, pH 5–5.5, наявності 2%-го розчину CaCO₃ масова частка лактози зменшується з 5.7 до 2–2.2 %. Установлено, що за обраних технологічних параметрів досягнення максимального ефекту відбувається вже через 9 годин і вміст лактози залишається незмінним в досліджуваному продукті, що робить недоцільним проведення тривалішого процесу ферментолізу. Отримані дані використовуватимуться для оптимізації процесу ферментолізу лактози.

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. ДСТУ 7515:2014. Сироватка молочна. Технічні умови. Київ : Держспоживстандарт України, 2013. 14 с.
2. Якубчак О. М. Ветеринарно-санітарна експертиза з основами технології і стандартизації продуктів тваринництва. Київ : Біопром, 2005. 800 с.
3. Маркетинговое исследование украинского рынка молочной сыворотки. Alliance Capital Management. М. : Эксмо, 2016. 220 с.

4. *Final Report Summary* – WHETLAC (Transformation of the residual whey permeate from the cheese manufacture: lactic acid production). Project ID: 222400. Funded under: FP7-SME. Country: Spain. URL : <http://www.WHETLAC.cartif.com.es>.
5. *Electronic code of federal regulations*. Quality Specifications for Raw Material [e-CFR]. 10.10.1975. USA. 2017. §§ 58.711. 58.722.
6. *Воробйова Л. И.* Пропионовокислые бактерии : монография. М. : Изд-во МГУ, 1995. 288 с.
7. *Юдіна Т. І.* Визначення показників безпеки молочно-білкових напівфабрикатів зі сколотин. Обладнання та технології харчових виробництв : темат. зб. наук. праць. Донецьк : ДонНУЕТ, 2014. Вип. 32. С. 225—232.
8. *Погосян А. С.* Разработка технологии низколактозных молочных продуктов с использованием ферментных препаратов бета-галактозидазы : дис. ... канд. техн. наук : 05.18.04. Одесса, 2007. 214 с.
9. *Рыжкова Е. П.* Предпосылки для испытаний штамма *Propioni bacterium freudenreichii RVS-4-irf* в качестве компонента клинического питания. Биотехнология. 2015. № 4. С. 70—78.
10. *Гніцевич В. А.* Аналіз і перспективи використання білково-вуглеводної молочної сировини в Україні. Матеріали міжнар. наук.-практ. конф. "Глобалізаційні виклики розвитку національних економік". Т. 3. Київ : Київ. нац. торг.-екон. ун-т, 2016. С. 673—684.
11. *Хамагаева И. С., Качанина Л. М., Тумурова С. М.* Биотехнология заквасок пропионовокислых бактерий : монография. Улан-Удэ : Изд-во ВСГТУ, 2006. 172 с.
12. *Jan G.* Survival and beneficial effects of propionibacteria in human gut: in vivo and in vitro investigations. Lait. 2002. Vol. 82, N 1. P. 131—144.
13. *Шершенков Б. С.* Разработка технологии ферментированных молочных продуктов с применением ультразвуковой интенсификации биотехнологических процессов : дис. канд. техн. наук : 05.18.07. СПб. 2015. 140 с.
14. *Инихов Г. С.* Методы анализа молока и молочных продуктов. М. : Книга по требованию, 2012. 424 с.

Стаття надійшла до редакції 25.09.2017.

Gnitsevych V., Chykun N., Honchar Y. Kinetics of fermentation of lactose whey.

Background. Production volumes of whey and all kinds of raw material sources in Ukraine constitute about 200 tons per year now. In the European Union each year milk industry produces 75 million tons of whey, about 40 % of the amount of whey is utilized. One promising direction that extends the use of whey is getting low-lactose products resulting from the use of enzymes of directed action, including based on propionic acid bacteria of the genus *Propionibacterium freudenreichii* subspecies *shermanii*.

The aim of the study is to research of the effect of the temperature, pH environment, concentration of the added ferment and the time on the lactose content in the milk whey.

Material and methods. The content of lactose was determined by refractometric method [14]. Repetition of experiments and analyzes is threefold.

Results. The influence of temperature, pH of the medium, concentration of the introduced enzyme preparation on the change of lactose content in milk whey was studied. To construct a trend for the development of fermentative hydrolysis of lactose in

milk whey, measurement of the results was carried out at regular intervals of 22 hours. The recommendations for the cultivation of bacteria of the genus *Propionibacterium freudenreichii* subspecies *shermanii* were summarized, and the boundary conditions of the enzyme activity on their basis were determined. According to the recommended concentrations of the enzyme preparation in the investigated milk whey, temperature regimen, pH value of the medium and the presence of activators, rational technological regimes of fermentolysis have been substantiated.

Conclusion. It was found that at $t = 50\text{ }^{\circ}\text{C}$, pH 5–5.5, the presence of 2 % CaCO_3 solution, the mass fraction of lactose decreases from 5.7 to 2–2.2 %. and achievement of maximum effect for the chosen technological parameters occurs after 12 hours. The obtained data will be used to optimize the lactose fermentolysis process.

Keywords: cheese whey, temperature, pH, enzyme, fermentolysis, lactose.

REFERENCES

1. DSTU 7515:2014. Syrovatka molochna. Tehnichni umovy. Kyi'v : Derzhspozhyvstandart Ukrainy. 2013. 14 s.
2. *Jakubchak O. M.* Veterynarno-sanitarna ekspertyza z osnovamy tehnologii' i standartyzatsii' produktiv tvarynnyctva. Kyi'v : Bioprom, 2005. 800 s.
3. *Marketynghovoe yssledovanye ukraynskogo ryynka molochnoj syvvorotky.* Alliance Capital Management. M. : Эkсмо, 2016. 220 s.
4. *Final Report Summary – WHETLAC (Transformation of the residual whey permeate from the cheese manufacture: lactic acid production).* Project ID: 222400. Funded under: FP7-SME. Country: Spain. URL : <http://www.WHETLAC.cartif.com.es>.
5. *Electronic code of federal regulations. Quality Specifications for Raw Material [e-CFR].* 10.10.1975. USA. 2017. §§ 58.711. 58.722.
6. *Vorobjova L. Y.* Propyonovokyslyye bakteryy : monografyja. M. : Yzd-vo MGU, 1995. 288 s.
7. *Judina T. I.* Vyznachennja pokaznykiv bezpeky molochno-bilkovyh napiv-fabrykativ zi skolotyln. Obladnannja ta tehnologii' harchovyh vyrobnyctv : temat. zb. nauk. prac'. Donec'k : DonNUET, 2014. Vyp. 32. S. 225—232.
8. *Pogosjan A. S.* Razrobotka tehnologyy nyzkolaktoznyyh molochnyyh produktov s yspol'zovanyem fermentnyyh preparatov beta-galaktozydazy : dys. ... kand. tehn. nauk : 05.18.04. Odessa, 2007. 214 s.
9. *Ryzyhkova E. P.* Predposyylky dlja yspyytanyj shtamma *Propioni bacterium freudenreichii* RVS-4-irf v kachestve komponenta klynicheskogo pytanyja. *Byotehnologyja.* 2015. № 4. S. 70—78.
10. *Gnicevyeh V. A.* Analiz i perspektyvy vykorystannja bilkovo-vuglevodnoi' molochnoi' syrovyny v Ukraini. *Materialy mizhnar. nauk.-prakt. konf. "Globalizacijni vyklyky rozvytku nacional'nyh ekonomik".* T. 3. Kyi'v : Kyi'v. nac. torg.-ekon. un-t, 2016. S. 673—684.
11. *Hamagaeva Y. S., Kachanyna L. M., Tumurova S. M.* *Byotehnologyja zakva-sok propyonovokyslyyh bakteryj : monografyja.* Ulan-Udэ : Yzd-vo VSGTU, 2006. 172 s.
12. *Jan G.* Survival and beneficial effects of propionibacteria in human gut: in vivo and in vitro investigations. *Lait.* 2002. Vol. 82, N 1. R. 131—144.
13. *Shershenkov B. S.* Razrobotka tehnologyy fermentyrovannyh molochnyyh produktov s pryomenenyem ul'trazvukovoj yntensyfykacyy byotehno-logycheskyh processov : dys. kand. tehn. nauk : 05.18.07. SPb. 2015. 140 s.
14. *Ynyhov G. S.* *Metodyy analiza moloka y molochnyyh produktov.* M. : Knyga po trebovanyju, 2012. 424 s.