

Метод Rancimat - Окислительная стабильность масел и жиров

Отрасли

Пищевая, фармацевтическая, косметическая

Ключевые слова

Окислительная стабильность, 892, масла, жиры, косметика, пробоподготовка, экстракция, ГОСТ 53160-2008, ISO 6886, ускоренное испытание на окисление, индукционный период

Resume

Метод Rancimat является ускоренным испытанием на старение. Через образец помещенный в реакционный сосуд пропускают воздух при постоянной повышенной температуре. В таких условиях происходит окисление жирных кислот. Легкоиспаряющиеся вторичные продукты реакции переносятся потоком воздуха в измерительную ячейку и абсорбируются в измерительном растворе (деионизованная вода). В измерительной ячейке непрерывно записывается значение электропроводности, которое повышается при абсорбции продуктов реакции, таким образом детектируется их присутствие. Время, которое потребовалось для обнаружения вторичных продуктов реакции называется индукционным периодом - оно характеризует окислительную стабильность масел и жиров.

Образцы

Масла, жиры, масло- и жиросодержащие продукты

Прибор

892 Professional Rancimat	2.892.0010
---------------------------	------------

Набор для определения поправки температуры	6.5616.100
--	------------

Дополнительно оборудование для пробоподготовки	
--	--

Лабораторные весы (разрешение $\pm 0,01$ г)	
---	--

Реактивы

- Деионизованная вода

Реактивы для пробоподготовки

- Петролейный эфир, низкокипящий, температура кипения 30 ... 40 °С, чда, CAS 101216-46-5

Пробоподготовка

Жидкие масла

Масла животного и растительного происхождения, жидкие при комнатной температуре, могут быть измерены напрямую. Для взвешивания в реакционном сосуде используются одноразовые пластиковые пипетки Пастера.

Твердые жиры

Жиры животного и растительного происхождения твердые при комнатной температуре и плавящиеся при повышении температуры могут быть измерены напрямую. При возникновении проблем с взвешиванием образца в реакционной ячейке, образец может быть предварительно расплавлен с помощью водяной бани. Осторожность при нагревании важна, так как температура водяной бани должна быть незначительно температуры плавления, иначе возможно повреждение образца.

Жиры содержащие воду

Жиры содержащие воду (масло, маргарин) также могут быть взвешены напрямую. Размер образца должен быть увеличен для компенсации потерь в следствии испарения содержащейся воды.

Жиросодержащие твердые вещества - Прямое измерение

Твердые вещества с большим содержанием жиров, такие как орехи или масличные семена (напр. фундук, миндаль, семена подсолнечника, семена кунжута и т.д.) могут быть измерены напрямую. Перед взвешиванием образец должен быть размельчен и гомогенизирован, например ступкой. Нужно быть осторожным с тем,

чтобы образец не был перенагрет и не был загрязнен следами переходных металлов.

Жиродержащие твердые вещества - Холодная экстракция

Жиры из различных пищевых продуктов, такие как майонез, сухое молоко, шоколад, печенье и т.д., должны быть предварительно экстрагированы. Это предпочтительно сделать с помощью холодной экстракции. Если образец не жидкость или порошок, то предварительно он измельчается. В конической форме взвешивается достаточное количество вещества для получения 10 г жира (достаточно для двух измерений). Добавляют приблизительно в 3 раза большее, нежели объем образца, количество низкокипящего петролейного эфира. Экстракцию осуществляют путем перемешивания в течение 1 часа. Затем петролейный эфир либо фильтруют, в случае твердых образцов, либо разделяют с помощью делительной воронки и переносят в круглодонную колбу. Петролейный эфир отгоняется при 20...30°C под вакуумом, с помощью роторного испарителя.

Анализ

Подготовка Rancimat

Нагревательные блоки нагреваются до необходимой температуры.

Подготовка измерительной ячейки

Измерительная ячейка заполняется 60 мл деионизованной воды, а затем помещается в специальные позиции на приборе и закрывается крышкой измерительной ячейки. Для длительного анализа (> 72 ч) рекомендуется увеличить объем воды для компенсации потерь при испарении, в расчете расхода 5...10 мл воды в день. Это требуется для уверенности в том, что электрод все время погружен в измерительный раствор.

Подготовка реакционной ячейки

Для каждого измерения используется новая реакционная ячейка. Для удаления удаления частиц (например от картона коробки) ячейка промывается изнутри и снаружи с помощью

сильного потока азота. Затем образец напрямую взвешивается в реакционной ячейке. Для жидких образцов и образцов, которые плавятся при повышении температуры используется примерно 3,0±0,1 г образца. Для образцов со значительным содержанием воды (> 5%) размер образца увеличивают, чтобы компенсировать уменьшение объема при испарении воды. Требуется убедиться, что трубки подачи воздуха погружены в раствор.

Твердые образцы, которые не плавятся, должны только покрывать дно реакционной ячейки. В это случае достаточно в реакционной ячейке взвесить 0,5...1 г образца.

Ячейка закрывается крышкой реакционной ячейке в сборе с трубками подачи воздуха.

Измерение

Перед началом измерения следует дождаться стабилизации температуры нагревательных блоков. Трубки между прибором и реакционной ячейкой, а также между реакционной и измерительными ячейками должны быть соединены. Затем реакционная ячейка помещается в нагревательный блок и начинается измерение.

Параметры

Размер образца	Жидкие: 3,0±0,1 г Твердые: 0,5 ... 1 г
Измерительной раствор	60 мл
Температура	80 ... 160 °C
Поток газа	20 л/ч
Измерение	Индукционный период
Чувствительность измерения	1,0

Температура измерения зависит от окислительной стабильности образца. Для образцов описываемых в данной статье устанавливались температуры в диапазоне 80 ... 160 °C. Возможны определения при температурах 50 ... 220 °C. Наиболее часто измерение осуществляется при 120 °C (ниже стабильность - ниже температура).

Эмпирическое правило: повышение температуры на 10 °С увеличивает индукционный период с коэффициентом два.

Стандартные результаты

Растительные масла и жиры

Образец	Температура/°С	Индукционный период/ч
Каноловое масло	130	12 ... 17
Рапсовое масло, гидрогенированное	140	10..11
Цитрусовое масло	90	Прибл. 0,5
Какао-масло	120	0 ... 15
Кокосовое масло	120	Прибл 33
Кофейное масло	120	Прибл. 0,25
Кукурузное масло	120	Прибл. 5
Хлопковое масло	120	2 ... 3
Жир из фундука	120	10 ... 12
Масло из фундука	120	7 ... 11
Льняное масло	110	0,5 ... 2
Маргарин	120	2 ... 6
Оливковое масло	120	6 ... 11
Апельсиновое масло	90	Прибл. 2
Пальмовое масло	120	7 ... 12
Жир из арахиса	120	9 ... 12
Арахисовое масло	120	3 ... 12
Тыквенное масло	120	Прибл. 7
Рапсовое масло	120	3 ... 5
Сафлоровое масло	120	1 ... 2
Кунжутное	120	Прибл. 5

масло		
Соевое масло	120	1 ... 7
Подсолнечное масло	120	1 ... 4
Масло сладкого миндаля	120	Прибл. 4
Масло грецкого ореха	120	Прибл. 2

Животные жиры и масла, прямое измерение

Образец	Температура/°С	Индукционный период/ч
Масло	120	3 ... 6
Куриный жир	110	Прибл. 0,5
Рыбий жир	80	Прибл. 0,25
Почечный жир	110	3 ... 4
Топленое свиное сало	100	1 ... 3
Голубиный жир	110	Прибл. 0,3
Сало	120	3 ... 8

Твердые образцы, прямое измерение

Образец	Температура/°С	Индукционный период/ч
Сдобное масло	160	Прибл. 6
Кокосовая стружка	160	Прибл. 17
Фундук	120	Прибл. 22
Лапша быстрого приготовления	120	15 ... 30
Арахис	110	Прибл. 10
Картофельные чипсы	140	Прибл. 10

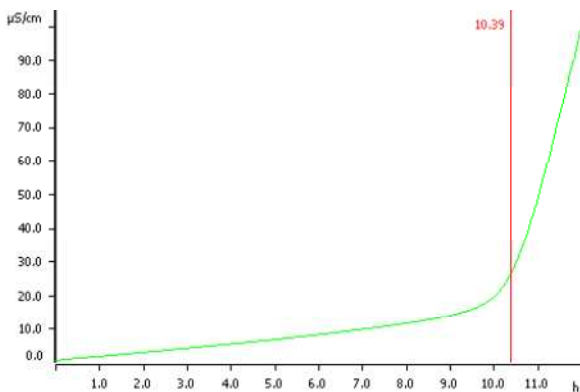
Твердые образцы после экстракции

Образец	Температура/°С	Индукционный период/ч
Детское питание	120	1 ... 2
Фундук	120	7 ... 13
Майонез	120	1 ... 4
Арахис	120	1 ... 2

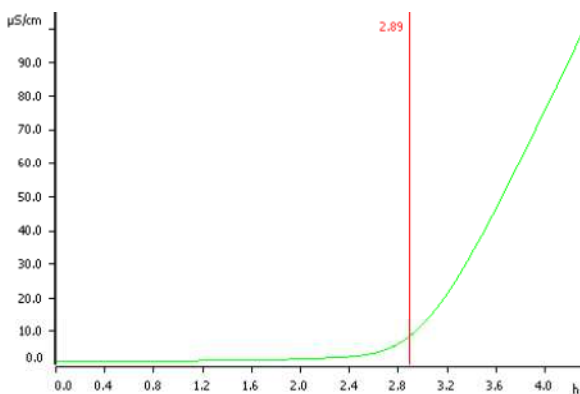
Картофельные чипсы	140	Прибл. 2
Сухое молоко	120	4 ... 32
Приправы для салата	120	Прибл. 2

Примеры

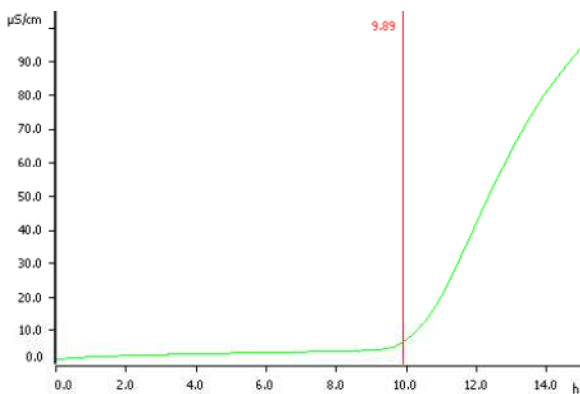
Оливковое масло, температура 120°C, индукционный период 10,39 ч



Подсолнечное масло, температура 120°C, индукционный период 2,89 ч



Арахис (прямое измерение), температура 120°C, индукционный период 9,89 ч



Комментарии

- Любой тип загрязнения, частицы, царапины в стекле могут катализировать реакцию и тем самым влиять на результат. Загрязнение может ухудшать воспроизводимость результатов или приводить к некорректным результатам. Поэтому рекомендуется использовать новые реакционные ячейки и трубки для воздуха для каждого измерения и удалять частицы резким потоком азота
- Температура является основным параметром для измерения индукционного периода. Особенно важно правильное определение "температурной поправки" при сравнении результатов полученных на разных инструментах. Более подробную информацию о "температурной поправке" можно узнать в инструкции к программному обеспечению StabNet и самому прибору
- Расход газа важен, чтобы гарантировать подачу достаточного количества кислорода для окисления жирных кислот и переноса продуктов реакции из реакционной ячейки в измерительную. Помимо этого, поток перемешивает образец гарантируя однородность образца. Кроме того, расход газа не влияет на результат, в случае если корректно определена температурная поправка.
- Для жидких образцов и образцов плавящихся при повышении температуры размер не является важным параметром. Нижний предел определяется уровнем при котором трубки подачи воздуха не могут быть погружены в раствор. Максимальный объем около 12 мл. Для большего объема нет гарантии достаточного нагревания.
- Размер образца - важный параметр для прямого измерения твердых образцов. Для больших объемов поток воздуха не сможет перемешивать образец и гомогенность температуры невозможно гарантировать. Именно поэтому предпочтительным является небольшой размер образца, покрывающий дно реакционного сосуда.

Литература

- Инструкция к ПО StabNet
- Инструкция к 892 Professional Rancimat
- Läubli M. W., Bruttel P. A.: Determination of the oxidative stability of fats and oils: Comparison between the active oxygen method (AOCS Cd 12-57) and the Rancimat method, JAOCS 63 (1986) 792-795.
- Läubli M. W., Bruttel P. A., Schalch E.: A modern method of determining the oxidative stability of fats and oils, Int. Food Marketing & Technology 1 (1988) 16-18.
- Warner K., Frankel E.N., Mounts T.L.: Flavor and oxidative stability of soybean, sunflower and low erucic acid rapeseed oils, JAOCS 66 (1989) 558-564.
- AOCS Cd 12b-92 (AOCS – American Oil Chemists' Society): Sampling and analysis of commercial fats and oils: Oil Stability Index
- ГОСТ 53160-2008, ISO 6886: 2006 Жиры и масла животные и растительные. Определение устойчивости к окислению (ускоренное испытание на окисление)