

Antioxidánsok vizsgálata Täufel módszerrel

LACZKÓ LÁSZLÓNÉ

Budapest Főváros Vegyészeti és Élelmiszervizsgáló Intézete

A zsiradékok avasodásának, valamint antioxidánsok hatásosságának vizsgálatára igen jó módszer Täufel és munkatársai által a legutóbbi években kidolgozott dinamikus vizsgálati módszer, az ún. szűrőpapír-próbás eljárás (1).

Az eljárás alap gondolata, hogy a reakciósebesség növelését nem hőmérsékletemelés, ultraibolya fényvel való besugárzás, vagy gázátáramoltatás segítségével érjük el, hanem azáltal, hogy a vizsgálandó zsiradék levegővel érintkező felületét a lehető legnagyobb mértékben megnöveljük. E célból a vizsgálandó zsiradék acetonos oldatát homogén, nehézfémmentes szűrőpapírra visszük. A zsírral átitatott szűrőpapírt szórt nappali világításnak, esetleg — az oxidáció meggyorsítására — ultraibolya besugárzásnak tesszük ki. Bizonyos időközökben egy-egy próbapapírt eltávolítunk és ammóniumrodanid-ferros együttes acetonos oldatával bepermetezzük. A próbákat a bepermetezés után öt perc múlva értékeljük. A próbacsíkokon az avasodás mértéke szerint sárgától vörösig terjedő színárnyalatok lépnek fel a felseppentés helyén. A maximális színintenzitás elérésének idejét a zsiradék oxigénnel szembeni affinitása határozza meg. Az értékelés ismert peroxid-számú zsiradékokkal készített összehasonlító skála segítségével történik.

Megállapították, hogy négyzetcentiméterenkint 0,25 mg fölötti zsiradékmennyiség a reakciót gátolja, mivel ebben az esetben az erősen zsír-tartalmú papírt a permetezőszert nem nedvesíti tökéletesen. 0,25 mg alatti mennyiségek viszont a reakció érzékenységet csökkentik. Legcélszerűbb a zsiradék 5%-os acetonos oldatát használni és ebből 0,025 ml-nyit (kb. 1,25 mg zsiradék) a papírra cseppenteni.

Ugyanabban a zsiradékokban az autooxidáció lefolyását erősen befolyásolja a fényintenzitás és a helyiség hőmérséklete. Az összehasonlító vizsgálatok értékelésénél az esetleges eltérő körülményeket figyelembe kell venni.

A szellőzés után CO_2 atmoszférában tárolt próbák a permetezésnél nem mutatnak színintenzitásbeli változást, ami lehetővé teszi, hogy a különböző szellőzési időknél kettő próbákat egyidejűleg permetezzük be és így az autooxidáció előrehaladását az egyes próbákon összehasonlíthatjuk. A még megkülönböztethető maximális színintenzitás kb. 30 peroxid-számnál áll elő, ennél nagyobb értékek az erősszín miatt már nem mutatnak kiértékelhető eltérést. Kiseb értékeknél a színkülönbség 3—5 peroxid-szám egységre egymástól világosan megkülönböztethető. Az első észre vehető gyenge sárga színeződés kb. 2 peroxid-számnál lép fel.

Täufel módszerének nagy előnye, hogy nem igényel berendezést, kis anyagmennyiségekkel gyorsan és a gyakorlatban kielégítő pontossággal végezhető el a vizsgálatok a tárolásnak megfelelő körülmények között.

Az összehasonlító vizsgálatokat

1. fenolantioxidáns és gallát tartalmú ún. kereskedelmi antioxidáns keverékkel (a továbbiakban a. o. k.) és

2. propilgalláttal ($C_{10}H_{12}O_5$), mint antioxidánsokkal végeztem.

Kombináltan adagoltam

1. aszkorbinsavat ($C_6H_8O_6$) és

2. citromsavat ($C_6H_8O_7$) a szinergens hatás vizsgálatára. A szinergensként adagolt savak, magukban számottevő antioxidáns hatást nem fejtettek ki.

A vizsgálatokat finomított napraforgóolajjal, friss sertézsírral és három különböző csúszáspontú keményített napraforgóolajjal (katalizátorfémnyom: \emptyset) végeztem. A felhasznált zsiradékok savszámát, jódszámát és peroxidszámát az I. táblázat tartalmazza:

A vizsgálatokhoz felhasznált zsiradékok jellemzői I. táblázat

Zsiradékfajta	Savszám	Jódszám	Peroxidszám
Napraforgóolaj	2,16	124,0	12,0
Sertézsír	0,27	62,5	1,5
Keményített napraforgóolaj			
38 C° cs. p.	0,31	68,1	3,0
41,5 C° cs. p.	0,28	65,4	2,0
42 C° cs. p.	0,81	59,0	4,0

Előhívóként NH_4SCN és $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2$ acetonos oldatát használtam. (Az acetont (p. a) K_2CO_3 -ról desztilláltam le.) Az optimális koncentrációjú előhívónak a 2,5 g NH_4SCN és 2,5 g $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2$ pro 100 ml aceton összetételű oldatot találtam.

A 0,1 g/100 ml és 5 g/100 ml koncentráció határok között végzett kísérletek eredményei azt mutatják, hogy kis koncentrációk esetében a kapott foltok halványak, nagyobb koncentrációknál pedig a papír rövid időn belül teljesen megvörösödik a nagy mennyiségű vas oxidációja folytán.

Az oldatot bepermetezés előtt mindig frissen készítjük. A megadott összetételű és koncentrációjú oldatot használva, a permetezés után levegőn mintegy félóráig nem következik be a papírsík elszíneződése.

A vizsgálatokat szobahőmérsékleten végeztem (16—20 C°), Schleicher és Schüll 2B nehézfém mentes papíron és egyes esetekben az avasodás gyorsítására ultraibolya lámpát használtam.

A vizsgálatok kiértékeléséhez összehasonlító skálát készítünk, ami ismert, különböző peroxidszámú olajok 5%-os acetonos oldatainak szűrőpapírsíkra cseppentésével és a próbával egyidejűleg és analóg módon való előhívásával történik.

Minden zsiradékfajtaból 5%-os acetonos illetve kloroformos oldatot készítettem. Ennek 10 ml-es részleteihez propilgallátot, illetve a. o. k.-t adtam 0,05%, 0,02% és 0,01% mennyiségben. A szinergens hatás vizsgálatára a szinergens savból az antioxidánsal azonos mennyiséget adtam a propilgallát, illetve a. o. k. tartalmú oldathoz. Az egyes oldatokból, valamint az antioxidáns mentes oldatból 0,025 ml-t mikropipetta segít-

ségével a szűrőpapíresikra cseppentettem. Ezután a csíkokat világos, levegős helyen felfüggesztettem és különböző szellőzési idők után az előhívó oldattal bepermeteztem. Az optimális színintenzitás különbség a zsiradékfajtatól függően más és más szellőzési időknél állt elő.

Az antioxidánsok és szinergensek hatását az egyes zsiradékfajtáknál az avasodás kifejlődésére a II—IV táblázat tartalmazza:

Antioxidánsok és szinergensek hatása napraforgóolaj avasodására

II. táblázat

Az 5%-os napraforgóolaj-oldathoz adott anyag	Peroxidszám		
	koncentráció %		
	0,01	0,02	0,05
Adalék nélkül		28	
A. o. k.	21	12	12
Propilgallát	15	12	9
Aszkorbinsav	28	28	28
Citromsav	25	18	10
A. o. k. + aszkorbinsav	20	15	12
Propilgallát + aszkorbinsav	15	10	10
A. o. k. + citromsav	12	12	12
Propilgallát + citromsav	12	12	12

A szellőzés ideje hét óra volt. Minden próbából 4—4 csíkot készítettem és ezek átlageredményeként kaptam a fenti értékeket.

Antioxidánsok és szinergensek hatása sertézsír avasodására

III. táblázat

Az 5%-os sertézsírolathoz adott anyag	Peroxidszám		
	koncentráció %		
	0,01	0,02	0,05
Adalék nélkül		18	
A. o. k.	12	9	—
Propilgallát	10	—	—
Aszkorbinsav	18	15	9
Citromsav	18	18	15
A. o. k. + aszkorbinsav	—	—	—
Propilgallát + aszkorbinsav	—	—	—
A. o. k. + citromsav	—	—	—
Propilgallát + citromsav	—	—	—

— jelenti, hogy a kis peroxidszám nem volt értékelhető.

A szellőzés ideje nyolc óra volt. Minden próbából négy-négy csík átlageredményét vettem.

Antioxidánsok és szinergensek hatása keményített napraforgóolajok avasodására

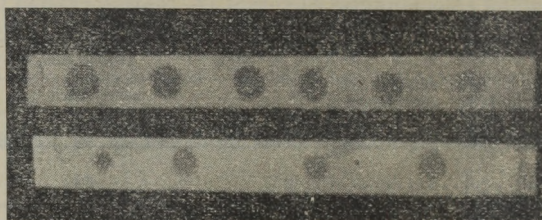
IV. táblázat

Az 5%-os 38 C° cs. p. keményített napraforgóolaj-oldathoz adott anyag	Peroxidszám		
	koncentráció %		
	0,01	0,02	0,05
Adalék nélkül		22	
A. o. k.	15	11	5
Propilgallát	14	9	—
Aszkorbinsav	22	22	22
Citromsav	22	22	22
A. o. k. + aszkorbinsav	18	16	10
Propilgallát + aszkorbinsav	10 alatt	10 alatt	10 alatt
A. o. k. + citromsav	11	7	—
Propilgallát + citromsav	8	—	—
Az 5%-os 41,5 C° cs. p. keményített napraforgóolaj-oldathoz adott anyag:			
Adalék nélkül		20	
A. o. k.	15	10	3
Aszkorbinsav	20	20	18
A. o. k. + aszkorbinsav	9	7	—
Az 5%-os 42 C° cs. p. keményített napraforgóolaj-oldathoz adott anyag:			
Adalék nélkül		20	
Propilgallát	14	7	—
Citromsav	20	18	18
Propilgallát + citromsav	—	—	—

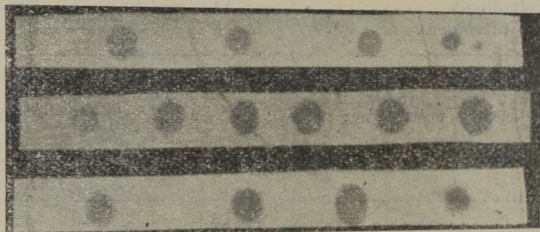
— jelenti, hogy a kis peroxidszám nem volt értékelhető.

A táblázatban közölt értékeket két és fél óras ultraibolya besugárzás után, négy-négy próbacsik átlageredményeként kaptam.

Érdekes megjegyezni, hogy a fény sokkal jobban katalizálja az avasodási folyamatot a papíresíkokon, mint a magasabb hőmérséklet, mert termosztátban 40 C°-on sötétben 24 óra alatt sem érhető el a napraforgóolajnak olyan mértékű avasodása, mint két óra alatt szobahőmérsékleten (16 C°) levegőztetéssel.



napraforgóolaj + citromsav
összehasonlító csík



napraforgóolaj + a. o. k.
napraforgóolaj + a. o. k. + citromsav
összehasonlító csík

Összefoglalva megállapíthatjuk, hogy Täufel módszere alkalmasnak látszik antioxidánsok összehasonlító vizsgálatára. Előnyei, hogy nem igényel berendezést, kis anyagmennyiségekkel gyorsan és azonos körülmények között reprodukálható módon végezhető el a vizsgálatok. A kapott eredmények a gyakorlatban elfogadható pontosságúak. A módszer hátránya, hogy levegőn gyorsan elszíneződnek a papíresíkok (bár ez a jelenség semleges gázban való tárolás útján elkerülhető), hátránya továbbá, hogy a 30-as peroxidszám feletti értékeknél nem használható.

A közleményt a Budapesti Műszaki Egyetem Élelmiszerkémiai Tanszékén készült diplomamunkám anyagából írtam. Az ahhoz nyújtott segítségért Telegdy-Kováts László professzornak és Kismarton Károly adjunktusnak ezúton is köszönetet mondok.

IRODALOM :

- (1) Täufel K.—Vogel R.: Fette und Seifen 6. 393. 1955.
- (2) Täufel K.—Vogel R. Dynamische Prüfmethode zur Erkennung Verderbsanfalligkeiten von Fette und fetthaltigen Gebäck.

* Az elszíneződés mértéke a felvételeken nem jelentkezik olyan kifejezetten, mint az eredeti papíresíkokon.