

Schnelle und vollautomatische Untersuchung der Oxidationsstabilität

Artikel vom 11. Juni 2024

Mess- und Prüfgeräte, Sensoren

Mit einem innovativen Prüfgerät ermöglicht [Anton Paar](#) die schnelle, einfache und vollautomatische Untersuchung der Oxidationsstabilität von Lebensmittelproben. Der Oxidationsprozess wird im Gerät durch erhöhte Temperatur und Sauerstoffdruck stark beschleunigt und die Sauerstoffaufnahme einer Probe direkt über den Druckverlauf gemessen.



Im Vergleich zu anderen beschleunigten Alterungsmethoden liefert das Messgerät deutlich schnellere Ergebnisse (Bild: Anton Paar).

Die Oxidationsstabilität ist in der Lebensmittelindustrie ein wesentliches Qualitätskriterium und oft eine der wichtigsten Produkteigenschaften. Sie beeinflusst die Stabilität von Produkten bei längerer Lagerung und ist ausschlaggebend für die Haltbarkeit. Abbauvorgänge, die durch Oxidation verursacht werden, können die

Eigenschaften von Produkten negativ beeinflussen sowie deren Qualität und Leistung beeinträchtigen.

Das Messgerät »RapidOxy 100« von Anton Paar bietet ein besonderes Messprinzip nach ASTM D8206. Die Oxidation einer Probe wird durch erhöhte Temperatur und reinen Sauerstoffdruck beschleunigt. Die Sauerstoffaufnahme wird durch die genaue Messung des Drucks in der Probenkammer während des gesamten beschleunigten Alterungsprozesses aufgezeichnet. Das ermöglicht die schnelle, einfache und vollautomatische Bestimmung der Oxidationsstabilität in sehr vielen Anwendungen.

Je höher der Druckabfall bei einer Messung in einer bestimmten Zeit ist, desto oxidationsanfälliger ist die Probe. Kennt man das Oxidationsverhalten, kann man die Proben entsprechend behandeln oder die Haltbarkeit anpassen. Es besteht die Möglichkeit, sowohl die Verarbeitung, als auch die Behandlung, Verpackung und Lagerung bezüglich ihres Einflusses auf die Haltbarkeit zu untersuchen.

Das Messgerät verfügt über eine hochwertige Testkammer aus Edelstahl. Die Probe wird entweder direkt in die Probenkammer gegeben oder in ein wiederverwendbares Glasschälchen eingewogen und damit in die Kammer gestellt. Die geringe Probenmenge von nur fünf Millilitern bzw. vier Gramm ist vorteilhaft, insbesondere wenn es um die Untersuchung kostspieliger Antioxidantien geht. Die Probenkonsistenz spielt bei der Untersuchung keine Rolle und jegliche Probenvorbereitung entfällt. Mit seinem hohen Temperaturbereich von bis zu 180 Grad Celsius garantiert das Messgerät sehr kurze Testzeiten und liefert Ergebnisse in einem Bruchteil der Zeit im Vergleich zu anderen beschleunigten Alterungsmethoden.

Nach dem Testvorgang wird die Testkammer schnell und einfach nur mit einem weichen Papiertuch und Ethanol gereinigt. Es sind keine weiteren Chemikalien erforderlich, und abgesehen von der Probe fällt kein Abfall an. Dank der aktiven Peltier-Rückkühlung steht das Messgerät sofort für die nächsten Tests bereit. Typischerweise nimmt die Vor- und Nacharbeit jeweils weniger als fünf Minuten in Anspruch.

Die Auswertung erfolgt bei Nutzung der zugehörigen PC-Software »OxyLogger 100« automatisch. Die relevanten Daten inklusive der Druckkurve sind während der Messung auch direkt am Display einsehbar.

Untersuchungen von Fetten und Ölen am Beispiel Chiaöl

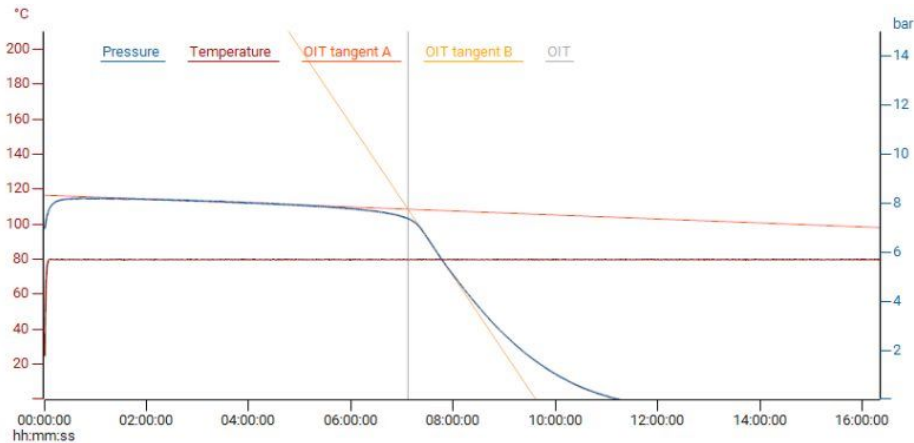
Chiaöl neigt dazu, leicht zu oxidieren. Die Verwendung von Antioxidantien ist deshalb unvermeidbar, um eine akzeptable Haltbarkeit des Öls zu gewährleisten. Die Effektivität von unterschiedlichen Antioxidantien kann mit dem Messgerät einfach und schnell durch simples Screening überprüft werden. Oxidationbeständigere Pflanzenöle wie Raps-, Sonnenblumen- oder Sojaöl werden standardmäßig bei 120 Grad Celsius gemessen, in diesem Fall wurde die Studie bei 100 Grad Celsius durchgeführt. Außer der Messtemperatur wurden die Standardbedingungen für Fette und Öle für den Rapid Small Scale Oxidation Test (RSSOT) verwendet: fünf Milliliter Probe, 700 Kilopascal Fülldruck, zehn Prozent Druckabfall.

Das reine Chiaöl wurde mit Chiaöl mit 0,5 Prozent Salvia Fructosa (SF) und mit Chiaöl mit 0,5 Prozent Tocopherol als Antioxidanzienzusatz verglichen. Dabei wurden folgende Induktionsperioden ermittelt: reines Chiaöl 44:04 Minuten, Chiaöl mit 0,5 Prozent SF 84:25 Minuten, Chiaöl mit 0,5 Prozent Tocopherol 143:03 Minuten. Die Studie zeigt, dass sich bei Zusatz beider Antioxidantien die Induktionsperiode und damit die Oxidationsstabilität des Chiaöls signifikant erhöht. Während die ursprüngliche Induktionsperiode von reinem Chiaöl nur 44 Minuten beträgt, kann die

Oxidationsstabilität durch Zusatz von SF fast verdoppelt, durch Zusatz von Tocopherol sogar mehr als verdreifacht werden.

Einfache Auswertung der Messdaten

Für die weitere automatische Auswertung oder den einfachen Vergleich der Druckkurven dient die Desktopsoftware »OxyLogger 100«.

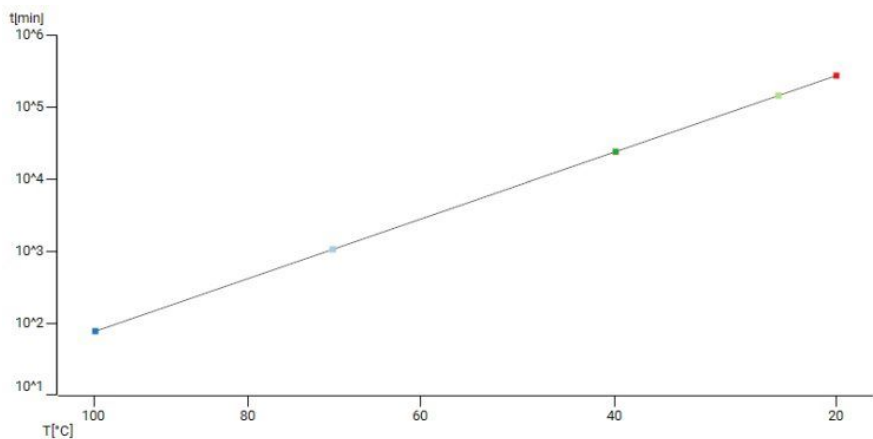


Duration until OIT:	07:06:02 hh:mm:ss (25562 s)
Pressure at OIT:	7,765 bar
Pressure drop at OIT:	5,5 %

Bestimmung der OIT von Chiaöl mit 0,5 Prozent SF (Bild: Anton Paar).

Die Auswertung der Oxidation Induction Time (OIT) ist eine der vielen Auswertungsmöglichkeiten, in diesem Fall der vom »RapidOxy 100« erhaltenen Druckkurve. Sie ergibt sich durch eine deutliche Veränderung im Verlauf des Druckabfalls während der Messung. Ein solcher Druckkurvenverlauf entsteht zum Beispiel, wenn das Antioxidans verbraucht ist und die Oxidation der nun nicht mehr geschützten Substanz einsetzt.

Für die meisten Proben zeigt sich eine Arrheniusabhängigkeit der Ergebnisse in Bezug auf die verwendete Messtemperatur. Aus der Steigung und weiteren gegebenen Parametern wird von der Software automatisch die Aktivierungsenergie berechnet. Außerdem kann durch einfaches Extrapolieren der Geraden bis zur Raumtemperatur oder einer anderen Temperatur von Interesse, zum Beispiel die Temperatur während des Transports oder der Lagerung, in vielen Fällen die Haltbarkeit der untersuchten Probe abgeschätzt werden.



Expected shelf-life at 40,0 °C	16 day(s) and 20 hour(s)
Expected shelf-life at 25,0 °C	101 day(s) and 9 hour(s)
Expected shelf-life at 20,0 °C	192 day(s)
Regression line equation	$\ln(t[\text{min}]) = 11000,00 \text{ K} / T - 26,00$ $\ln(t[\text{min}]) = 93000,00 \text{ Jmol}^{-1} / (8,31446 \text{ Jmol}^{-1}\text{K}^{-1} * T) - 26,00$
Activation energy:	93000,00 Jmol ⁻¹
R ²	1,00

Haltbarkeitsabschätzung von Chiaöl mit 0,5 Prozent SF (Bild: Anton Paar).

Aus der Antioxidantienstudie ergeben sich nun folgende Aussagen zur geschätzten Haltbarkeit: reines Chiaöl 12 Tage, Chiaöl mit SF 101 Tage und Chiaöl mit Tocopherol 338 Tage.

Berechnung der Sauerstoffaufnahme

Dank der geschlossenen Probenkammer und des generellen Messprinzips des RSSOT sind bis auf das Volumen der Probe bzw. Gewicht und Dichte bei halbfesten/festen Proben alle Parameter, die zur Berechnung der Sauerstoffaufnahme benötigt werden, gegeben und die Sauerstoffaufnahme kann durch folgende Formel berechnet werden:

$$\Delta[O_2]_t = \frac{(p_{max} - p_t)}{RT} \cdot \frac{(V_{tot} - V_{liq})}{V_{liq}}$$

Voreingestellt wird der Wert für den Endpunkt der Messung errechnet, kann aber für jeden Punkt der Druckkurve zusätzlich ausgewählt werden.

Fazit

Das Oxidationsstabilitätsprüfgerät »RapidOxy 100« nach ASTM D8206 bietet eine einfache und schnelle Anwendung für Haltbarkeitsuntersuchungen für die Produktentwicklung durch die Prüfung von Zutaten und Endprodukten, Optimierung von Formulierungen, Überprüfung der Art und Konzentration von Antioxidantien, Lagerung sowie zur Qualitätskontrolle eingehender Rohstoffe. Mit dem »RapidOxy 100« hat Anton Paar ein kompaktes Stand-alone-Messinstrument von der Größe eines Schuhkartons

entwickelt, das keine Probenvorbereitung benötigt, schnell und vollautomatisch arbeitet sowie eine einfache Reinigung der Prüfkammer ermöglicht. Die Anwendungsvielfalt ist damit nahezu unbegrenzt.



Anton Paar Germany GmbH
Infos zum Unternehmen

Anton Paar Germany GmbH
Hellmuth-Hirth-Str. 6
D-73760 Ostfildern

0711 72091-0

info.de@anton-paar.com

www.anton-paar.com
