Sastav masnih kiselina različitih vrsta čokolada određen metodom plinske kromatografije

Fišer, Dorotea

Supplement / Prilog

Publication year / Godina izdavanja: **2020**

Permanent link / Trajna poveznica: https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:109:144075

Rights / Prava: Attribution-NonCommercial-NoDerivatives 4.0 International/Imenovanje-Nekomercijalno-Bez prerada 4.0 međunarodna

Download date / Datum preuzimanja: **2024-03-28**

REPOZITORIJ PTFOS PREHRAMBENO-TEHNOLOŠKI FAKULTET OSIJEK dabar DIGITALNI AKADEMSKI ARHIVI I REPOZITORIJI

Repository / Repozitorij:

Repository of the Faculty of Food Technology Osijek

SVEUČILIŠTE JOSIPA JURJA STROSSMAYERA U OSIJEKU

dabar DIGITALNI AKADEMSKI ARHIVI I REPOZITORIJI

SVEUČILIŠTE JOSIPA JURJA STROSSMAYERA U OSIJEKU
Prehrambeno-tehnološki fakultet Osijek

SASTAV MASNIH KISELINA RAZLIČITIH VRSTA ČOKOLADA ODREĐEN METODOM PLINSKE KROMATOGRAFIJE

Dorotea Fišer

Diplomski rad, 9. srpnja 2020.

Prehrambeno-tehnološki fakultet Osijek

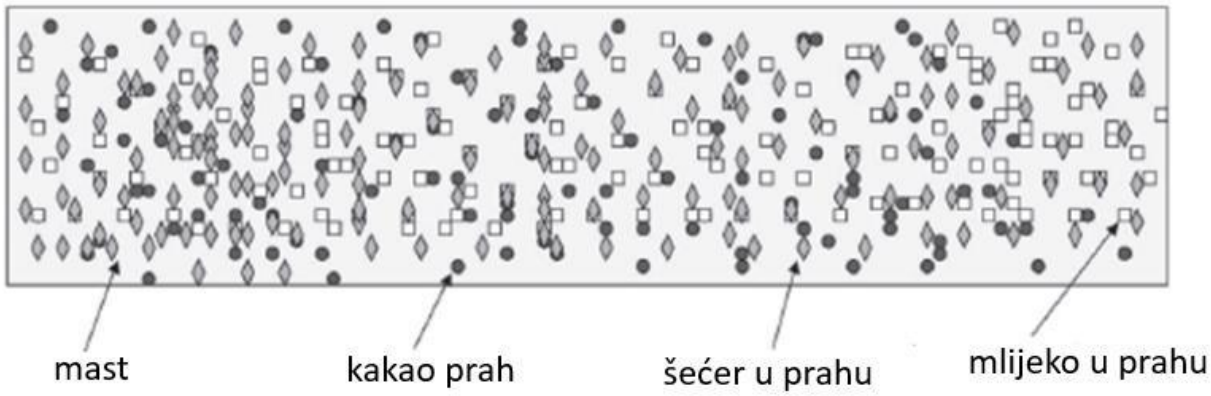
Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku

Čokolada

- proizvod dobiven od kakao zrna, šećera i kod nekih vrsta čokolada, brašna ili škroba od pšenice, riže ili kukuruza
- podjela: mliječna, tamna čokolade i bijela čokolada
  - čokolada s dodatcima, punjena čokolada te čokolada u prahu i čokoladni preljevi
- struktura = matrica kontinuirane masti s impregniranim česticama kakao praha i šećera (mliječna čokolada uključuje i mlijeko u prahu)



Analizirani uzorci



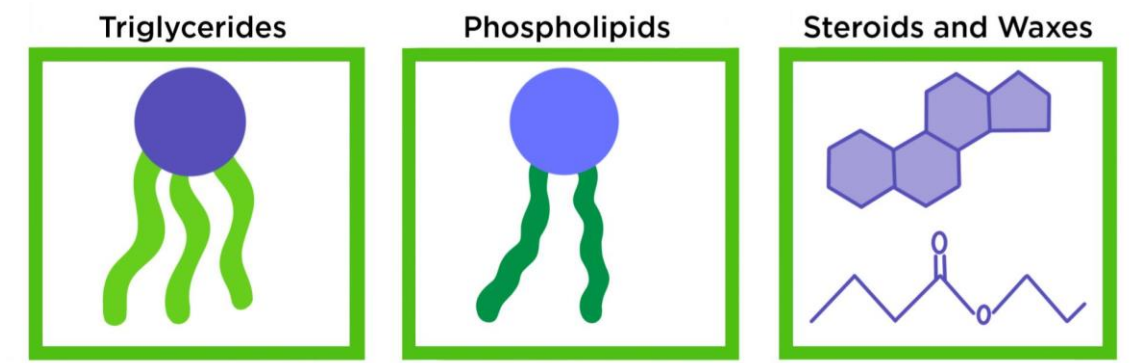
Shematski prikaz strukture čokolade

Kemijski sastav čokolade

- **Ugljikohidrati**
  - prije fermentacije = saharoza 90 % ukupnih CHO u zrnu
  - fermentacija → oksidacija saharoze → reducirajući šećeri fruktoza i glukoza
  - tijekom prženja kakaovih zrna → Maillardove reakcije → smanjenje koncentracije šećera
- **Proteini**
  - zrelo zrno: 10 % - 16% proteina
  - Maillardove reakcije – okus kakaa
  - utjecaj na viskoznost čokolade
- **Alkaloidi**
  - zaslužni za gorak okus
  - promjena koncentracije tijekom alkalizacije zrna
- **Polifenoli**
  - katehini, antocijanini i proantocijanidini → okus i boja kakaa
  - koncentracija ovisi o trajanju fermentacije i mikrobiološkoj aktivnosti
- **Hlapive tvari**
  - alkoholi, aldehidi i ketoni, esteri i pirazini
  - zaslužni za aromu i miris kakaa

Kemijski sastav čokolade

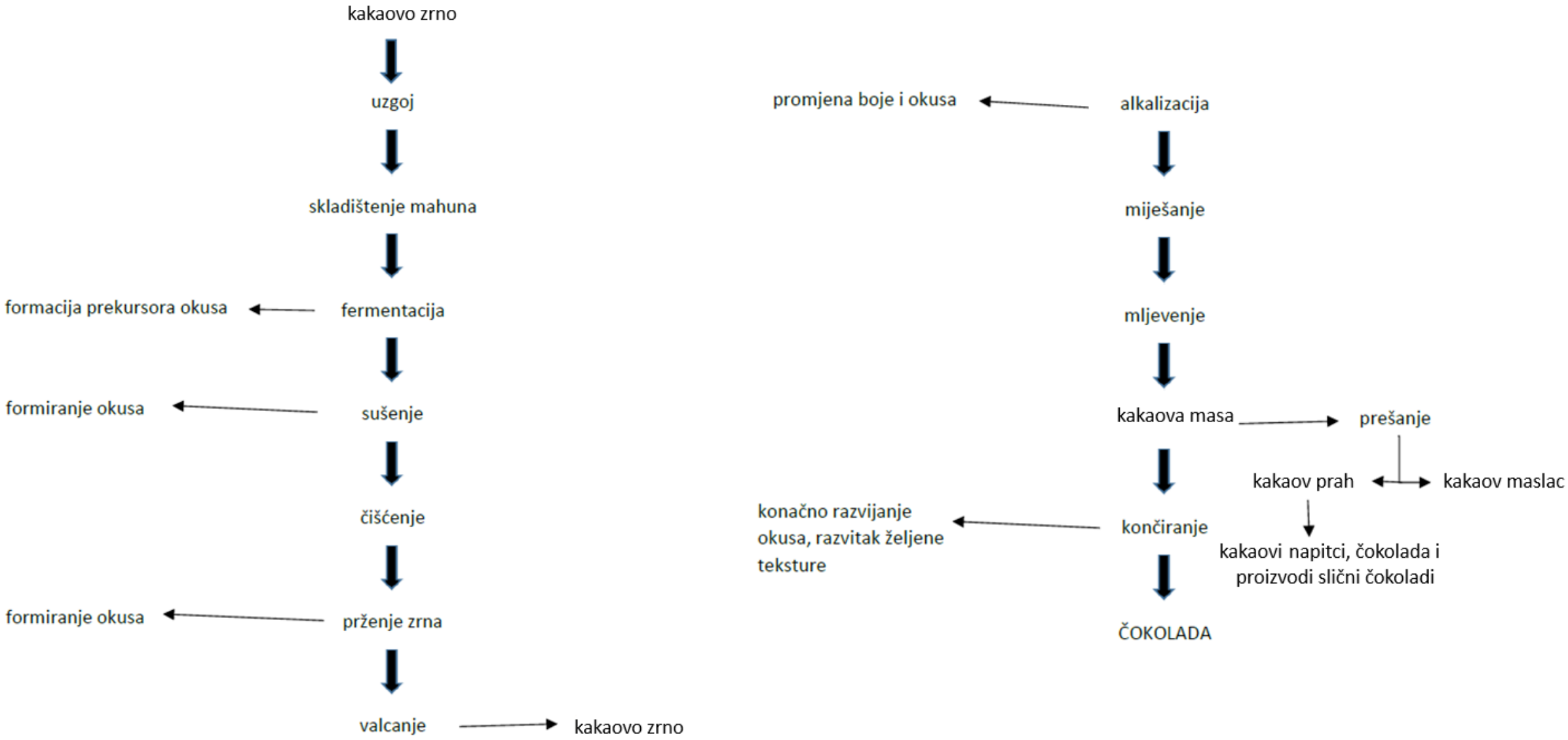
- **Lipidi**
  - potječu od kakaovog maslaca i dodatnih emulgatora → izuzetak dodatak mliječnih masti (sprječavanje cvjetanja masti)
  - tamne čokolade: udio masti ovisi o kakaovoj masi (kakaov prah + kakaov maslac)
  - mliječne i bijele čokolade: udio masti ovisan i o udjelu mlijeka u prahu i mliječnoj masti



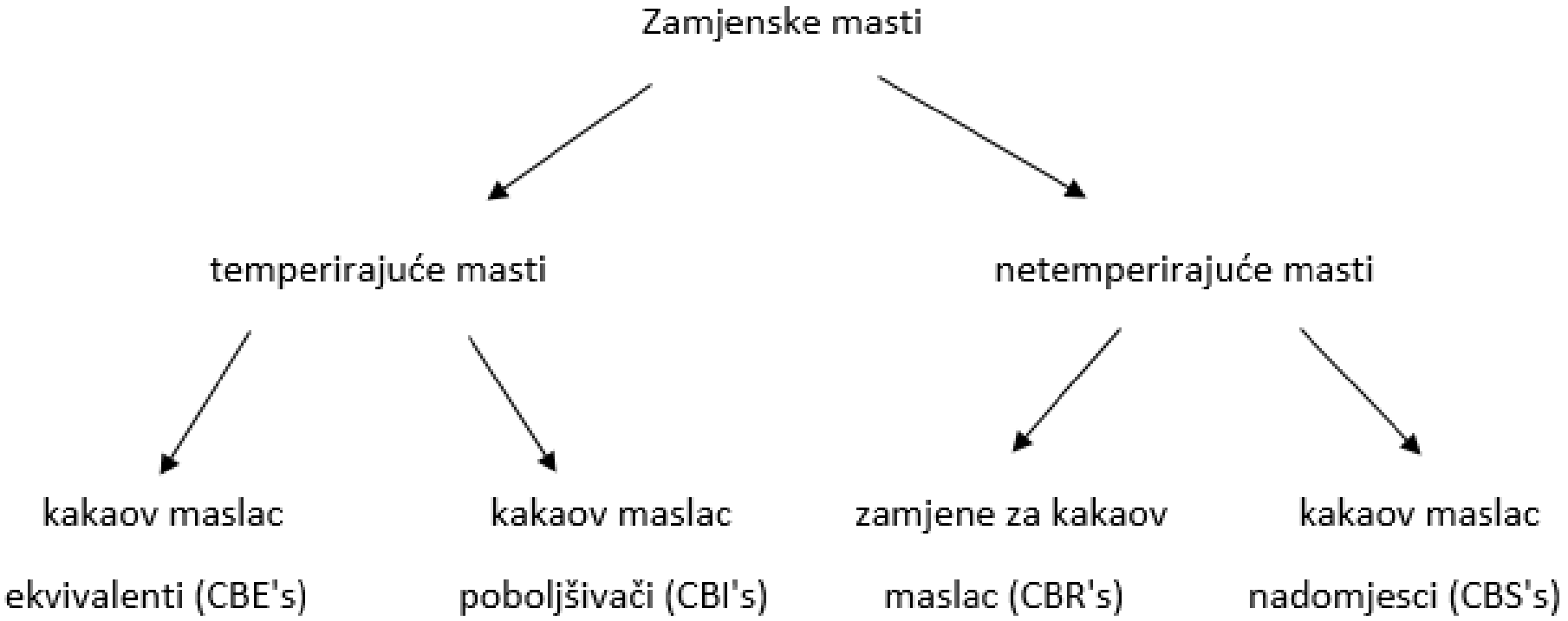
Podjela jednostavnih lipida



Cvjetanje masti



Shema proizvodnje čokolade



- nelaurinske biljne masti
- nemaju utjecaj na topivost čokolade
- kokosovo ulje, palmino ulje, sal maslac, illipe maslac, shea maslac i ulje sjemenki manga

- drugačiji sastav triglicerida od kakaovog maslaca
- kristaliziraju u najstabilnijem obliku
- zamjene: ulje sjemenki pamuka, repičino, sojino i palmino ulje
- nadomjesci: laurinske biljne masti (uključuju ulje palminih koštica i kokosovo ulje)

Kakaov maslac i korištene zamjene



Kakaov maslac

- sastav većinom : palmitinska kiselina (C16:0), stearinska kiselina (C18:0), oleinska kiselina (C18:1) te u manjem udjelu linolna kiselina (C18:2)



Kokosovo ulje

- 92 % zasićenih masnih kiselina
- visok stupanj zasićenosti i stabilnosti
- sadrži laurinske biljne masti



Palmino ulje

- 95 % triglicerida
- prisutni karotenoidi zaslužni za žuto - narančastu boju
- kristalizira u stabilne kristale
- sadrži laurinske biljne masti

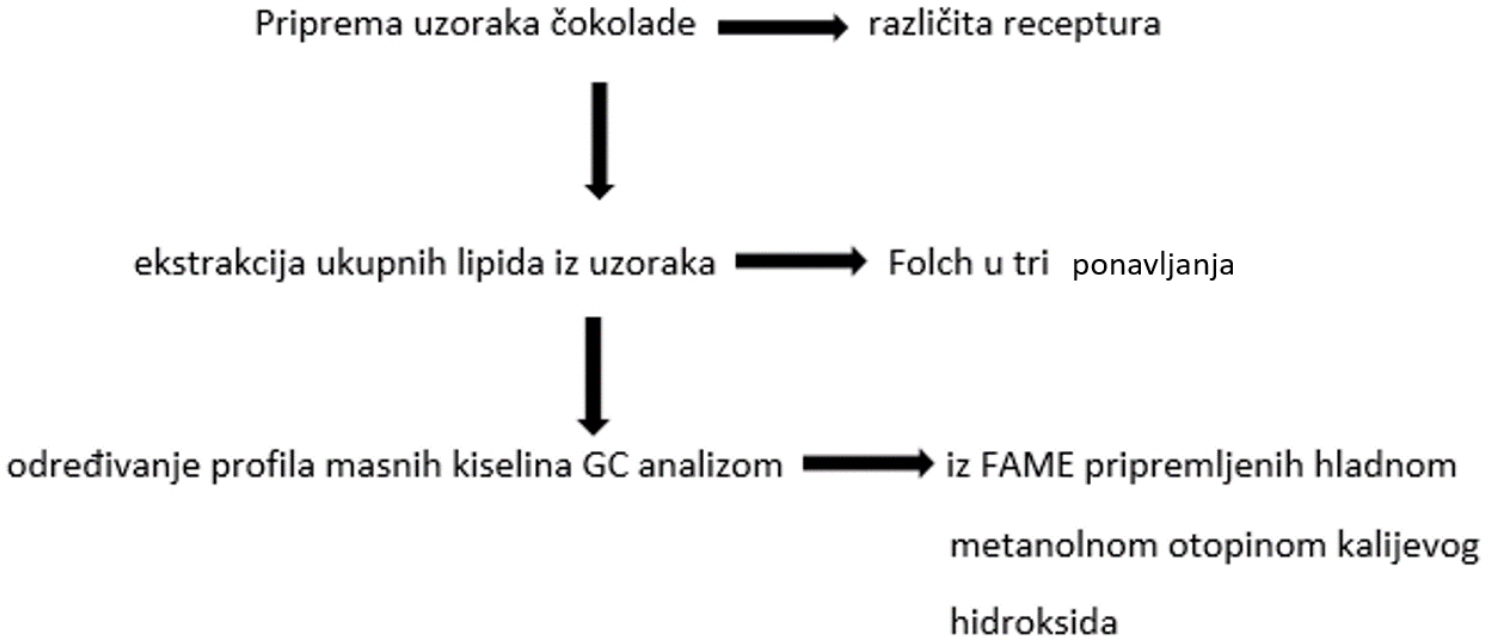
Kvaliteta čokolade



- Nutricionistički aspekt
  - zapadnjačka prehrana → povezuje prekomjeran unos masti (↑ kardiovaskularnih bolesti i karcinoma) → sastav lipida i masnih kiselina u proizvodima → kod čokolade se traže zamjene za kakaov maslac
  - prisutnost emulgatora smanjuje probavljivost čokolade
  - čokolada bogata flavonoidima i mineralima → potencijalni pozitivan utjecaj na zdravlje kostiju
  - količina kolesterola u čokoladi nije značajna za sprječavanje njene konzumacije
- Senzorske karakteristike kvalitete
  - okus (presudna karakteristika) – ovisi o viskoznosti i topivosti (tekstura) / prisutnost alkaloida (gorak okus)
  - korištenje zamjena za kakaov maslac ne utječe na senzorske karakteristike
- Reološki parametri
  - Binghamovski plastični sustav

Zadatak

- određivanje sastava i udjela masnih kiselina različitih vrsta čokolada → utvrđivanje specifičnosti u sastavu masnih kiselina



Priprema uzoraka čokolade

OZNAKA UZORKA	KAKAOVA MASA (%)	KAKAOV MASLAC (%)	ŠEĆER U PRAHU (%)	LECITIN (%)	PGPR** (%)	DODATCI (%)
11	36,00	21,47	42,00	0,50	-	-
21	36,00	21,47	42,00	-	0,50	-
31	36,00	21,47	42,00	0,25	0,25	-
41	36,00	16,47	42,00	0,50	-	Palmino ulje: 5,00
51	36,00	16,47	42,00	0,50	-	Kokosovo ulje: 5,00
61	12,00	22,00	45,00	0,50	-	Mlijeko u prahu: 20,47
71	12,00	22,00	45,00	-	0,50	Mlijeko u prahu: 20,47
81	12,00	22,00	45,00	0,25	0,25	Mlijeko u prahu: 20,47
91	12,00	17,00	45,00	0,50	-	Mlijeko u prahu: 20,47 Kokosovo ulje: 5,00
101	12,00	17,00	45,00	0,50	-	Mlijeko u prahu: 20,47 Palmino ulje: 5,00
111	12,00	22,00	41,25	0,50	-	Mlijeko u prahu: 19,22 Sirutka: 5,00
121	12,00	22,00	41,85	0,50	-	Mlijeko u prahu: 18,62 Kondenzirano zaslađeno mlijeko: 5,00
131	12,00	22,00	44,47	0,50	-	Mlijeko u prahu: 16,00 Kondenzirano nezaslađeno mlijeko: 5,00

* Vanilin je dodan u iznosu 0,03 %; **PGPR- poliglicerol poliricinoleat

- pripravljene u laboratorijskom kugličnom mlinu
  - temperatura vodene kupelji: 55 °C
  - brzina okretaja laboratorijskog kugličnog mlina: 60 o/min.
- kakaov maslac i vanilin dodani naknadno
- temperiranje: 4 – 7 temperindeksa
- ukalupljenje i hlađenje: 30 minuta na 8 °C

Ekstrakcija ukupnih lipida – metoda po Folchu



1. KORAK

- vaganje uzoraka: 1,00 g



2. KORAK

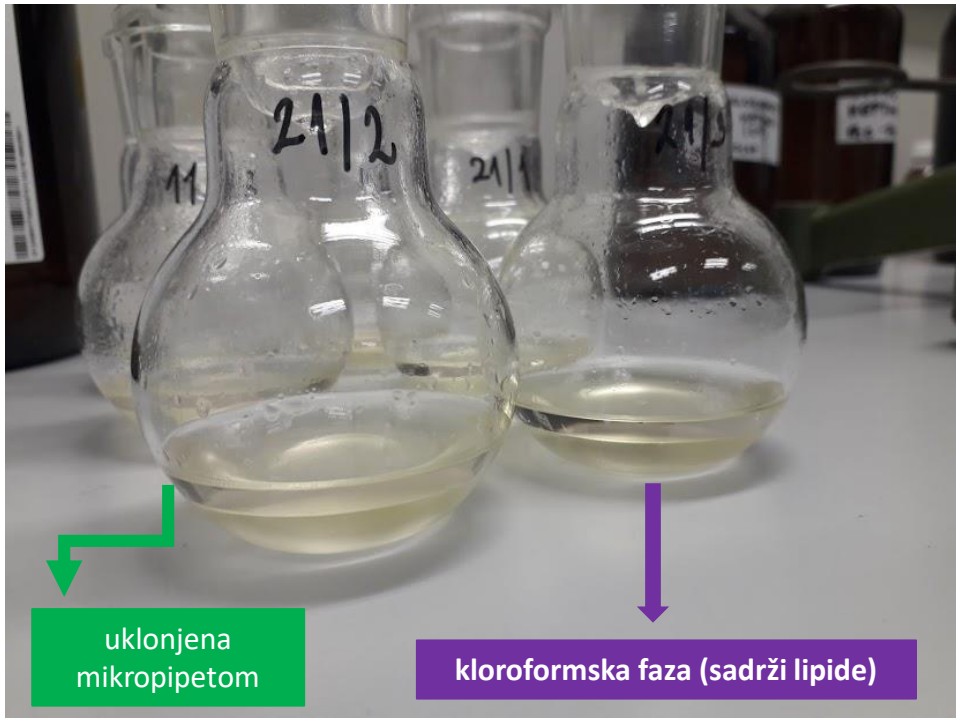
- ekstrakcija smjesom kloroform: metanol HPLC čistoće (2:1)
- homogenizacija uzoraka
- 20 min / 400 okretaja



3. KORAK

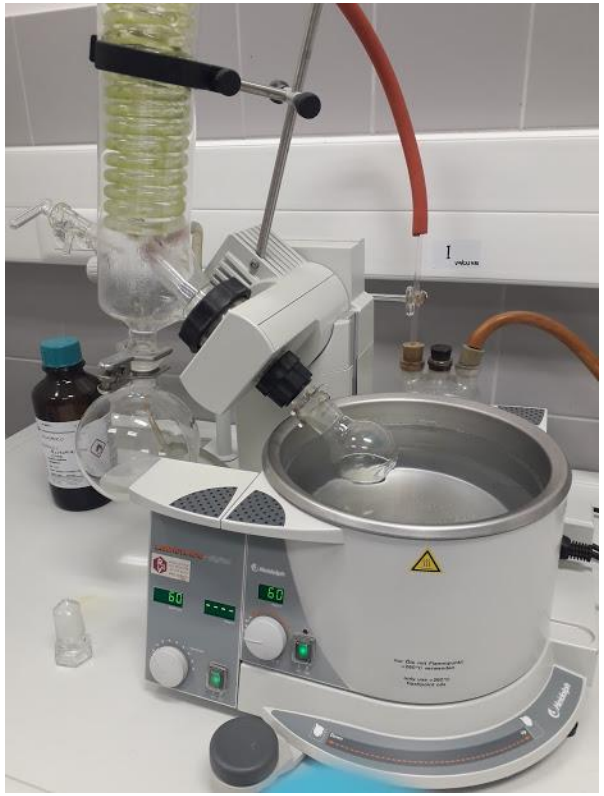
- centrifugiranje uzoraka
- 10 min / 3500 okretaja

Ekstrakcija ukupnih lipida – metoda po Folchu



4. KORAK

- filtracija → dobivanje tekuće faze
- ispiranje s 4 mL 0,9 % otopine NaCl





5. KORAK

- Vakuum evaporacija



Sušionik

6. KORAK

- sušenje
- 105 °C do konstantne mase

Određivanje sastava masnih kiselina

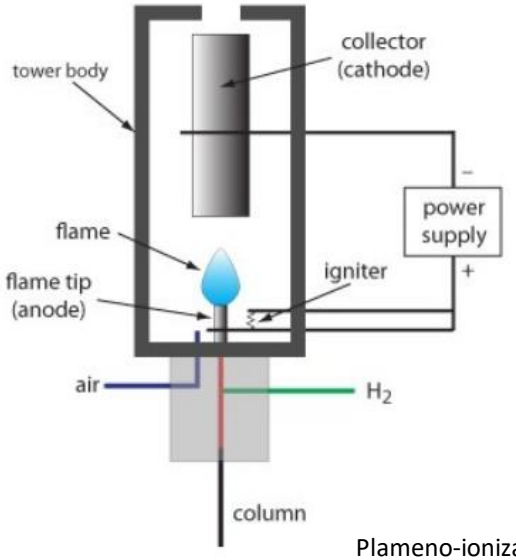
- složeni oblici lipida moraju se derivatizirati u metilne estere (hlapivi)
- dva osnovna mehanizma
  1. metilacija nakon hidrolize masnih kiselina iz lipida → uključuje alkalnu hidrolizu (saponifikaciju)
  2. izravna transesterifikacija uz prisutnost alkalnih ili kiselih katalizatora
- U radu korištena:
  - priprema FAME uz katalizator KOH
  - transesterifikacija s KOH → reakcija karbonilnih ugljikovih atoma s metoksidnim ionima triglicerida → metoksid

Određivanje masnih kiselina plinskom kromatografijom

- **Konfiguracija uređaja:**
  - plinski kromatograf: Shimadzu GC-2010
  - detektor: plameno-ionizacijski detektor (FID) / temperatura: 300 °C
- **Kolona**: kapilarna kolona SH-Rtx-Wax (duljina kolone 30 m, promjer kolone 0,25 mm i debljina filma stacionarne faze 0,25 µm)
  - plin nosilac: dušik (brzina protoka: 30 mL/min)
  - brzina protoka vodika bila je 40 mL/min, zraka 400 mL/min
- **Parametri analize:**
  - *Split* omjer razdvajanja 1:10
  - temperatura injektora: 250 °C
  - volumen injektiranja: 2 µL
  - potreban temperaturni režim : početna temperatura kolone: 110 °C i održavana 2 minute, zatim 10 ° C/min do 175 °C (zadržana 8 min), zatim povećanje 5 °C/min do 210° C (zadržana 5 minuta) i porast do krajnje temperature od 230 °C brzinom od 5°C/min (zadržana 7 min)
    - ukupno vrijeme analize: 42,5 minute
- **Identifikacija**: vrijeme zadržavanja
- **Kvantifikacija**: normalizacijom površina



Shimadzu GC-2010



Plameno-ionizacijski detektor

REZULTATI I RASPRAVA – **ukupni lipidi**

UZORAK	UDIO UKUPNIH LIPIDA (%)			SREDNJA VRIJEDNOST (%)	STANDARDNO ODSTUPANJE (%)
	1	2	3		
11	36,38	36,96	36,78	36,71	0,30
21	36,81	36,31	36,72	36,61	0,27
31	37,36	38,06	37,73	37,72	0,35
41	38,35	38,29	37,57	38,07	0,43
51	37,07	37,75	37,57	37,46	0,35
61	30,07	30,40	30,44	30,30	0,20
71	30,04	30,91	30,96	30,64	0,52
81	29,67	30,09	29,29	29,68	0,40
91	29,41	30,21	29,83	29,82	0,40
101	29,55	29,18	28,26	29,00	0,66
111	29,75	29,95	29,58	29,74	0,22
121	30,10	30,15	29,85	30,03	0,16
131	30,27	30,79	31,14	30,73	0,44

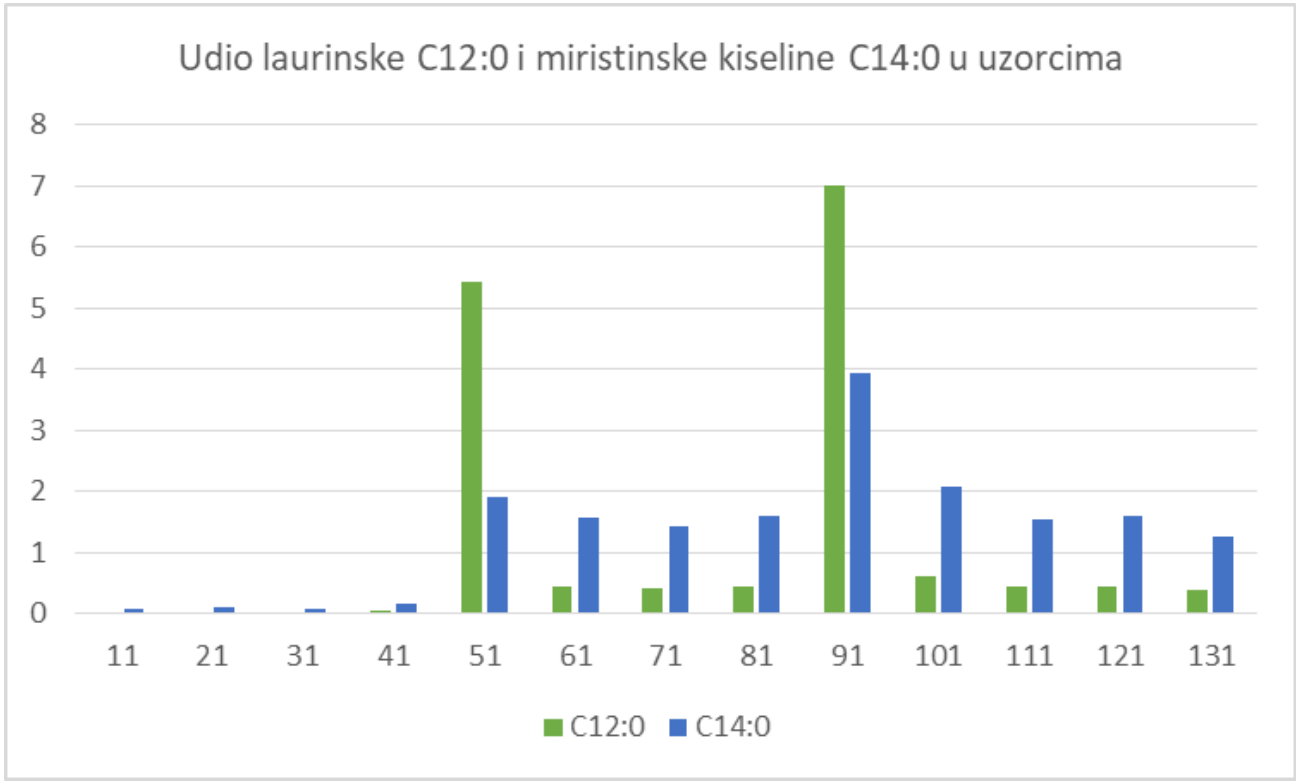
- tamne čokolade
- 36 % - 38%
- uzorak 41 ima najviše ukupnih lipida

- mliječne čokolade
- 29 % - 31 %
- uzorak 131 ima najviše ukupnih lipida

REZULTATI I RASPRAVA – **sastav zasićenih masnih kiselina**

UZORAK	UDIO MASNE KISELINE (%)										
	C4:0	C6:0	C8:0	C10:0	C12:0	C14:0	C16:0	C18:0	C20:0	C22:0	C24:0
11	0,00± 0,00	0,00± 0,00	0,00± 0,00	0,00± 0,00	0,00± 0,00	0,09± 0,00	24,07 ±0,50	34,53 ±0,67	0,94± 0,01	0,88± 0,22	0,60± 0,26
21	0,00± 0,00	0,00± 0,00	0,00± 0,00	0,00± 0,00	0,00± 0,00	0,10± 0,01	21,59 ±1,59	31,33 ±2,46	0,88± 0,10	1,66± 0,23	1,64± 0,15
31	0,17± 0,02	0,00± 0,00	0,00± 0,00	0,00± 0,00	0,00± 0,00	0,09± 0,01	24,22 ±0,24	34,80 ±1,54	0,99± 0,05	0,74± 0,17	0,50± 0,25
41	0,11± 0,04	0,00± 0,00	0,00± 0,00	0,00± 0,00	0,06± 0,01	0,18± 0,00	26,85 ±0,24	30,97 ±0,96	0,90± 0,02	0,62± 0,12	0,31± 0,18
51	0,09± 0,01	0,06± 0,00	0,84± 0,01	0,65± 0,01	5,43± 0,16	1,92± 0,05	22,30 ±0,91	30,69 ±1,62	0,90± 0,02	0,58± 0,12	0,22± 0,15
61	0,08± 0,01	0,20± 0,01	0,14± 0,01	0,35± 0,01	0,44± 0,00	1,57± 0,02	26,19 ±0,21	32,40 ±0,64	0,88± 0,02	0,47± 0,08	0,17± 0,12
71	0,23± 0,02	0,19± 0,03	0,12± 0,00	0,31± 0,04	0,43± 0,08	1,43± 0,20	24,63 ±1,83	29,90 ±3,50	0,82± 0,08	0,92± 0,11	0,66± 0,14
81	0,07± 0,04	0,22± 0,01	0,14± 0,01	0,35± 0,01	0,46± 0,01	1,60± 0,02	26,03 ±0,03	31,66 ±0,33	0,85± 0,02	0,67± 0,05	0,44± 0,05
91	0,07± 0,02	0,30± 0,01	1,15± 0,07	1,16± 0,08	7,01± 0,53	3,95± 0,25	22,44 ±1,18	25,04 ±1,49	0,70± 0,04	0,95± 0,44	0,89± 0,54
101	0,02± 0,03	0,27± 0,00	0,18± 0,01	0,44± 0,01	0,61± 0,01	2,08± 0,03	29,13 ±0,04	26,52 ±0,05	0,73± 0,01	0,51± 0,06	0,21± 0,02
111	0,00± 0,00	0,21± 0,01	0,14± 0,01	0,34± 0,01	0,44± 0,02	1,54± 0,03	25,71 ±0,33	30,82 ±0,42	0,86± 0,01	0,76± 0,09	0,44± 0,13
121	0,14± 0,12	0,17± 0,05	0,14± 0,00	0,35± 0,01	0,45± 0,01	1,59± 0,06	25,38 ±1,20	29,98 ±1,81	0,82± 0,03	1,03± 0,58	0,80± 0,68
131	0,00± 0,00	0,16± 0,01	0,12± 0,02	0,29± 0,01	0,38± 0,01	1,27± 0,02	24,74 ±0,16	30,29 ±0,23	0,82± 0,02	1,13± 0,21	0,91± 0,26

- palmitinska kiselina (C16:0) i stearinska kiselina (C18:0): najveći udjeli u svim uzorcima



- Uzorci s dodanim kokosovim uljem (51,91) se ističu većom količinom laurinske kiseline (C12:0) → **potencijalni pokazatelj dodanog kokosovog ulja**

REZULTATI I RASPRAVA – **sastav nezasićenih masnih kiselina**

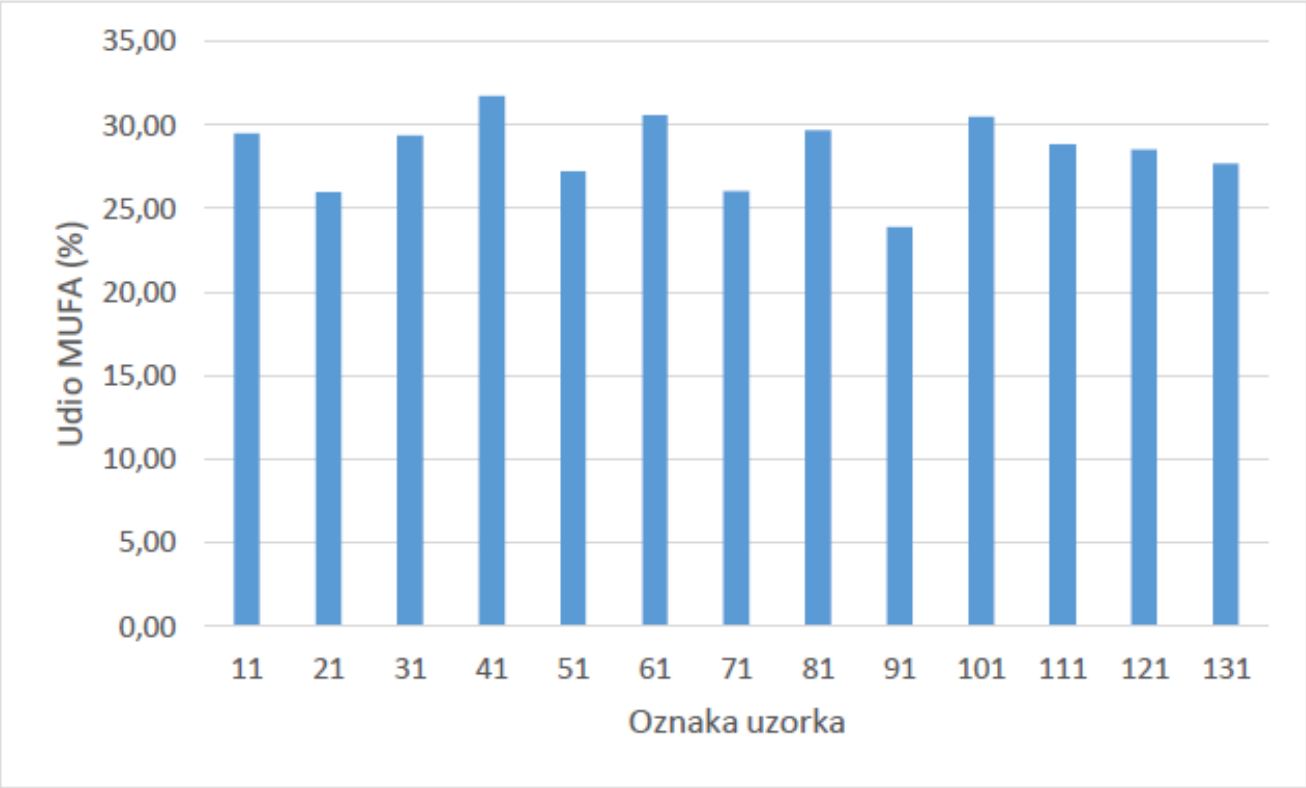
UZORAK	UDIO MASNE KISELINE (%)				
	C16:1	C18:1n9	C18:2n6c	C18:3n3	C22:2
11	0,17 ±0,01	29,30 ±0,94	3,30±0,11	0,25±0,01	1,30 ±0,21
21	0,17±0,02	25,82±2,08	2,24±0,17	0,13±0,01	3,91±2,40
31	0,17±0,02	29,21±0,75	2,93±0,09	0,22±0,00	1,07±0,28
41	0,18±0,00	31,57±0,50	4,37±0,16	0,27±0,02	0,79±0,10
51	0,16±0,00	27,05±1,40	2,84±0,07	0,20±0,01	1,23±1,09
61	0,35±0,00	30,04±0,37	3,03±0,04	0,25±0,01	0,45±0,04
71	0,31±0,04	25,60±3,53	2,19±0,26	0,16±0,01	3,19±3,09
81	0,35±0,01	29,21±1,05	2,76±0,16	0,23±0,03	0,86±0,38
91	0,31±0,01	23,43±1,64	2,74±0,11	0,24±0,01	1,92±1,52
101	0,38±0,02	29,92±0,52	4,48±0,11	0,32±0,01	0,94±0,11
111	0,35±0,03	28,38±0,41	3,37±0,19	0,31±0,03	1,13±0,31
121	0,35±0,03	28,08±1,57	3,18±0,35	0,29±0,05	1,32±0,75
131	0,29±0,01	27,29±0,12	3,61±0,41	0,35±0,05	1,92±0,61

- U svim analiziranim uzorcima najveći udio čini oleinska kiselina (C18:1n9)

- Uzorci s dodatkom palminog ulja (41,101) ističu se većom količinom linolne kiseline (C18:2n6) → **potencijalni pokazatelj dodanog palminog ulja u čokolade**

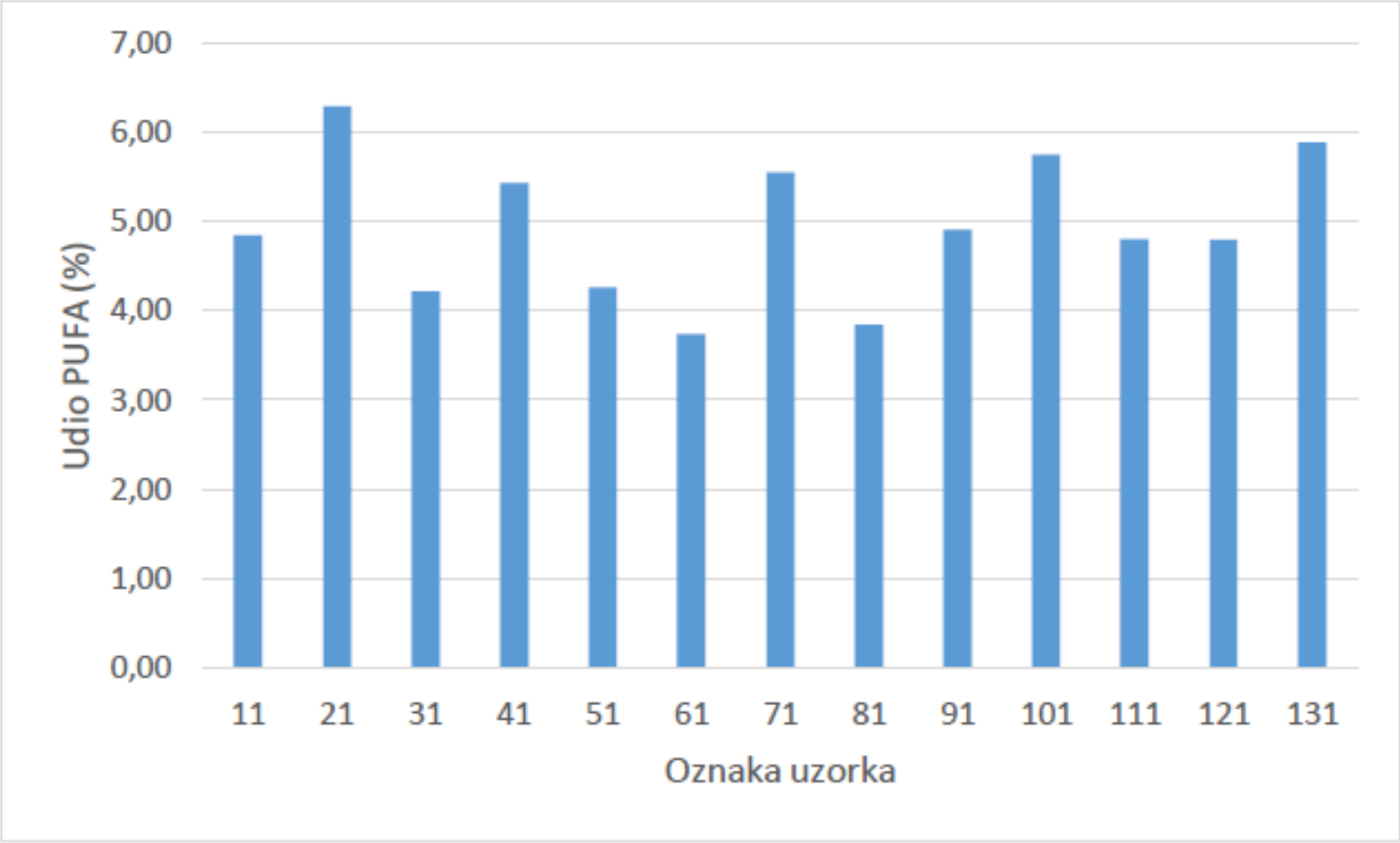
- Uzorci s dodanim emulgatorom PGPR-om (21,71) imaju veći udio dokozadienoične kiseline (C22:2)

REZULTATI I RASPRAVA – udio mononezasićenih masnih kiselina



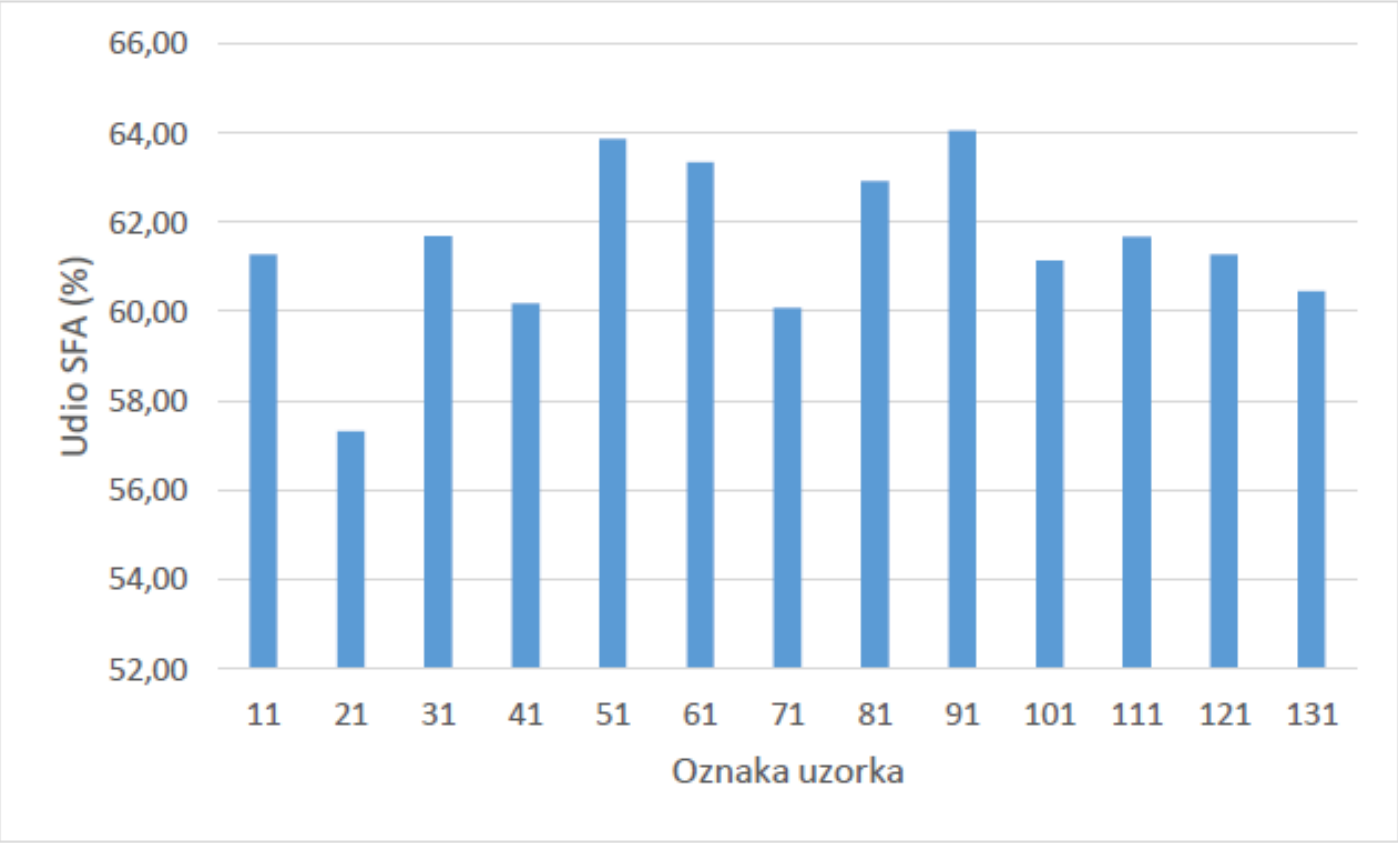
- tamne čokolade: 26 % - 32 %
- mliječne čokolade: 24 % - 31 %
- uzorci s dodatkom palminog ulja (41,101) imaju najviši udio MUFA
- uzorci s dodatkom kokosovog ulja (51,91) imaju nizak udio MUFA

REZULTATI I RASPRAVA – **udio polinezasićenih masnih kiselina**



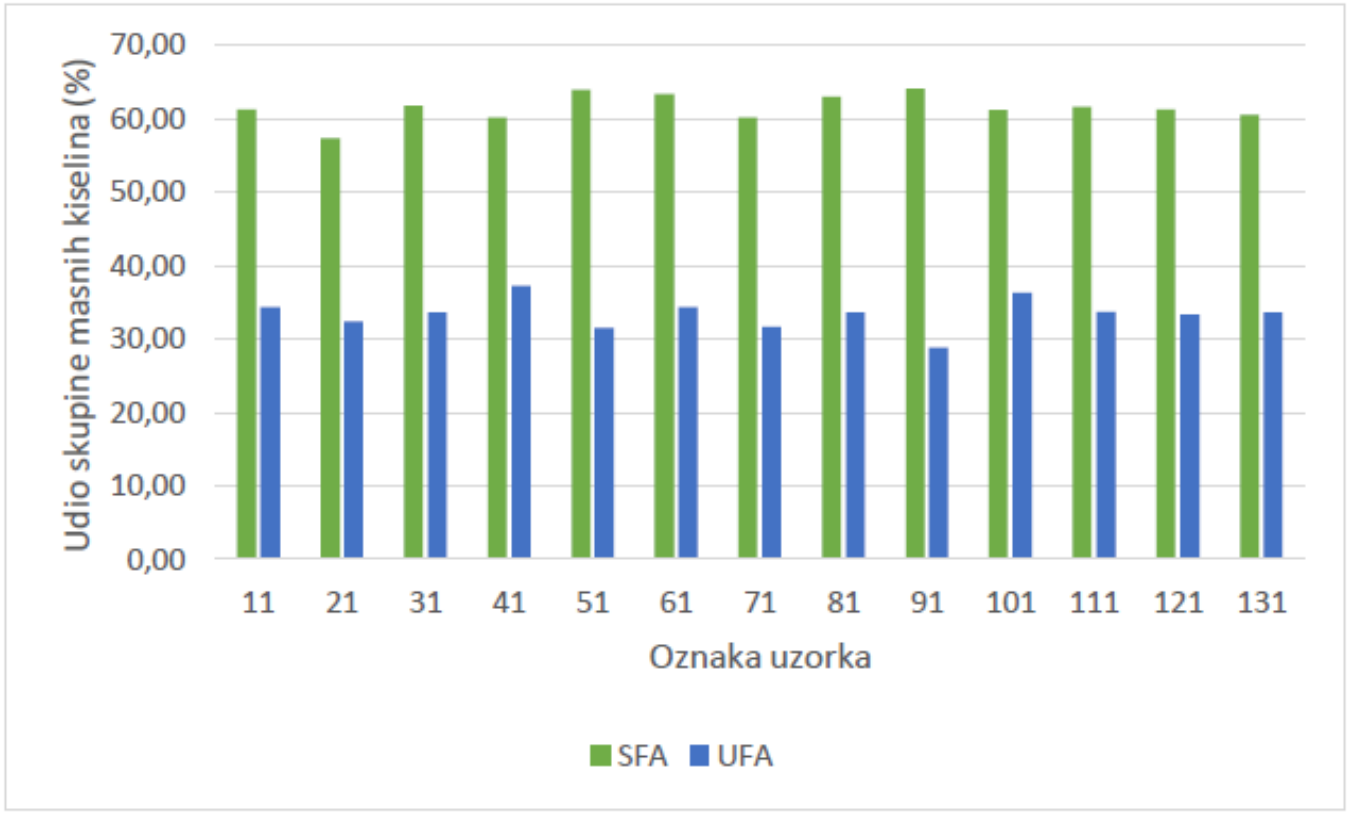
- 4 % - 6 %
- visoki udio imaju uzorci čokolada s dodatkom palminog ulja (41,101) → rezultat prisutnosti većeg udjela linolne kiseline (C18:2n6)
- uzorci 21 i 71 gdje je kao emulgator dodan PGPR također imaju visok udio

REZULTATI I RASPRAVA – udio zasićenih masnih kiselina



- tamne čokolade: 57 % - 64 %
- mliječne čokolade: 60 % - 64 %
- najveći udio: u uzorcima čokolada u kojima je dodano kokosovo ulje (51,91) → visokom udio laurinske i miristinske kiseline

REZULTATI I RASPRAVA – udio zasićenih i nezasićenih masnih kiselina



- tamne čokolade:
  - udio UFA: 28,80 – 36,20 %
  - udio SFA: 57,32 – 63,86 %
- mliječne čokolade:
  - udio UFA: 31,48 – 37,18 %
  - udio SFA: 60,08 – 64,05 %
- poželjno UFA > SFA
  - uzorci ne pripadaju skupini namirnica sa povoljnim omjerom masnih kiselina
  - najpovoljniji omjere udjela imaju uzorci s dodanim palminim uljem (41,101) → najveći udjeli nezasićenih masnih kiselina

ZAKLJČCI



1. Udio ukupnih lipida u tamnim čokoladama značajnije je veći od udjela u mliječnim čokoladama što se može pripisati (razlici u recepturama odnosno udjelu kakaove mase pri pripremi)
2. Najznačajnije masne kiseline u svim analiziranim uzorcima čokolada su palmitinska (C16:0), stearinska (C18:0) i oleinska kiselina (C18:1n9).
3. Kod uzoraka čokolada s dodatkom kokosovog ulja: veći udio laurinske kiseline (C12:0) i miristinske kiseline (C14:0) → pokazatelj dodatka kokosovog ulja u čokolade i sukladnosti sa zakonskom regulativom
4. Uzorci s dodatkom palminog ulja: veća količinom linolne kiseline (C18:2n6) → jedan od pokazatelja dodanog palminog ulja u čokoladu
5. Nutricionističko stajalište: tamna čokolada je bolji izbor → niži udio SFA i veća nutritivna gustoća

HVALA NA PAŽNJI !

