

Sastav masnih kiselina različitih vrsta čokolada određen metodom plinske kromatografije

Fišer, Dorotea

Supplement / Prilog

Publication year / Godina izdavanja: **2020**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://um.nsk.hr/um:nbn:hr:109:144075>

Rights / Prava: [Attribution-NonCommercial-NoDerivatives 4.0 International/Imenovanje-Nekomercijalno-Bez prerada 4.0 međunarodna](#)

Download date / Datum preuzimanja: **2025-01-18**

REPOZITORIJ

PTFS

PREHRAMBENO-TEHNOLOŠKI FAKULTET OSIJEK

dabar
DIGITALNI AKADEMSKI ARHIVI I REPOZITORIJI

Repository / Repozitorij:

[Repository of the Faculty of Food Technology Osijek](#)



SASTAV MASNIH KISELINA RAZLIČITIH VRSTA ČOKOLADA ODREĐEN METODOM PLINSKE KROMATOGRFIJE

Dorotea Fišer

Diplomski rad, 9. srpnja 2020.

Prehrambeno-tehnološki fakultet Osijek

Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku

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 kaka
- utjecaj na viskoznost čokolade

- **Alkaloidi**

- zaslužni za gorak okus
- promjena koncentracije tijekom alkalizacije zrna

- **Polifenoli**

- katehini, antocijanini i proantocijanidini → okus i boja kaka
- koncentracija ovisi o trajanju fermentacije i mikrobiološkoj aktivnosti

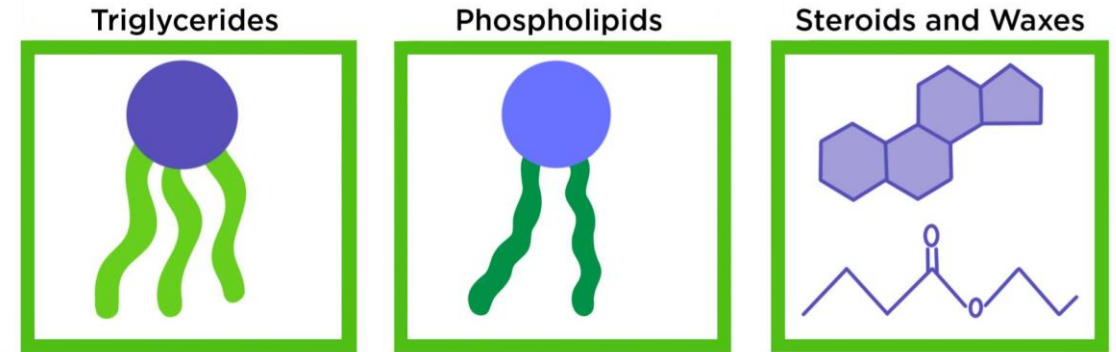
- **Hlapive tvari**

- alkoholi, aldehidi i ketoni, esteri i pirazini
- zaslužni za aromu i miris kaka

Kemijski sastav čokolade

- **Lipidi**

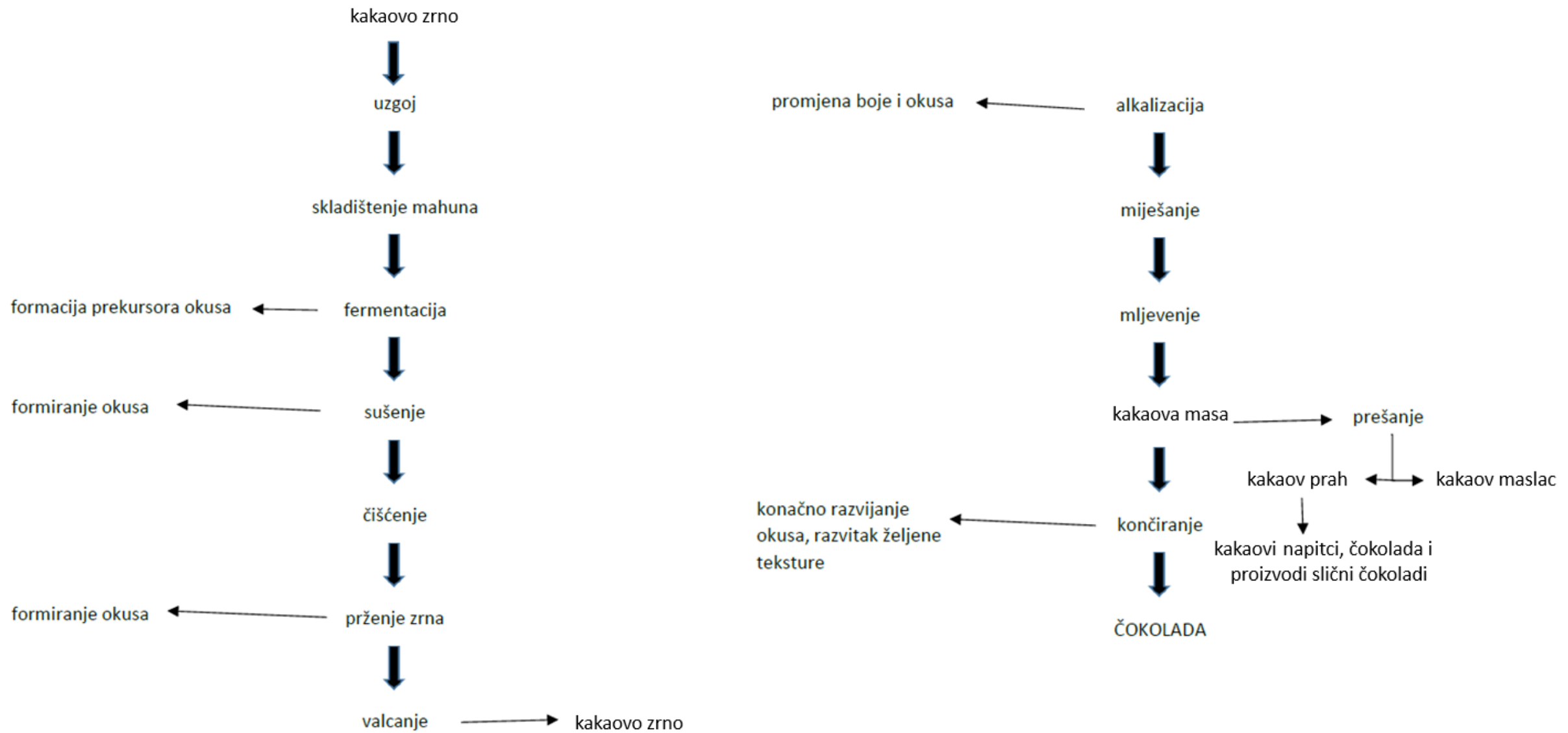
- potječu od kakaovog maslaca i dodatnih emulgatora → izuzetak dodatak mliječnih masti (sprječavanje cvjetanja masti)
- tamne čokolade: udio masti ovisi o kakaovoj masi (kakaov prah + kakaov maslac)
- mliječne i bijele čokolade: udio masti ovisan i o udjelu mlijeka u prahu i mliječnoj masti



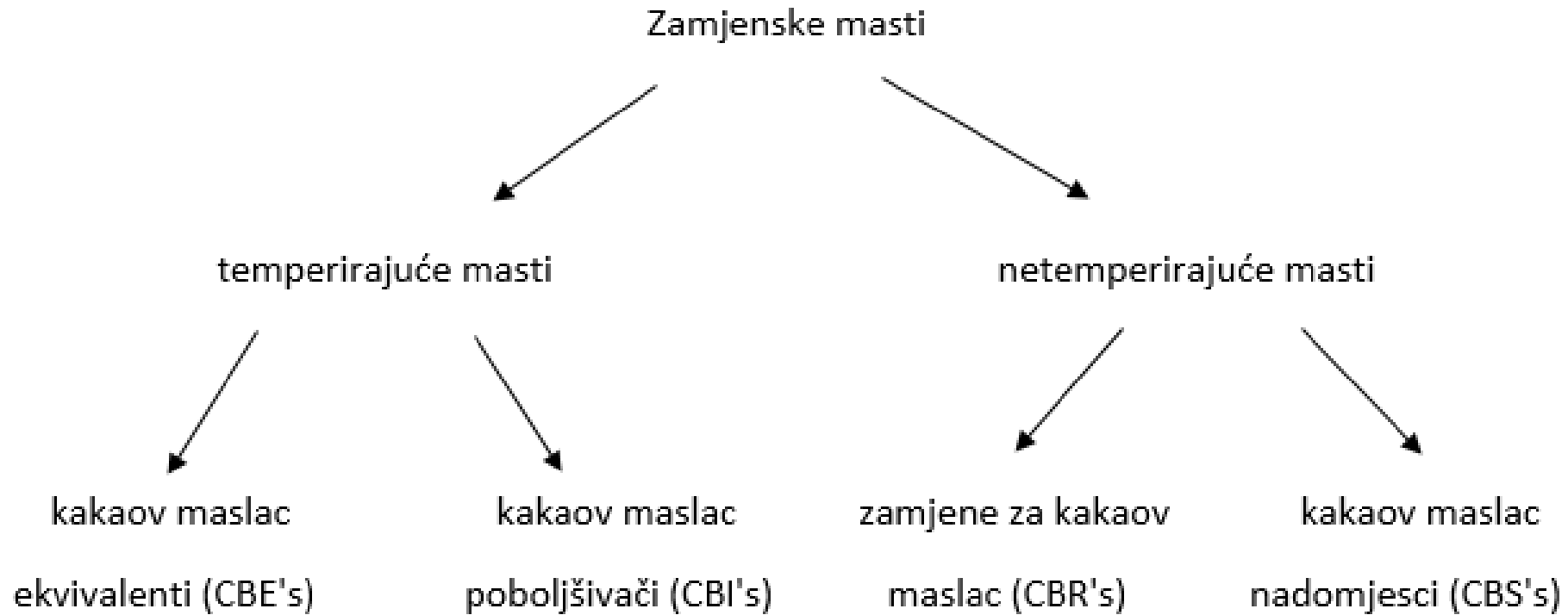
Podjela jednostavnih lipida



Cvjetanje masti



Schema 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



Kokosovo ulje



Palmino ulje

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

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

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

Kvaliteta čokolade



- **Nutricionistički aspekt**

- zapadnjačka prehrana → povezuje prekomjeren 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**

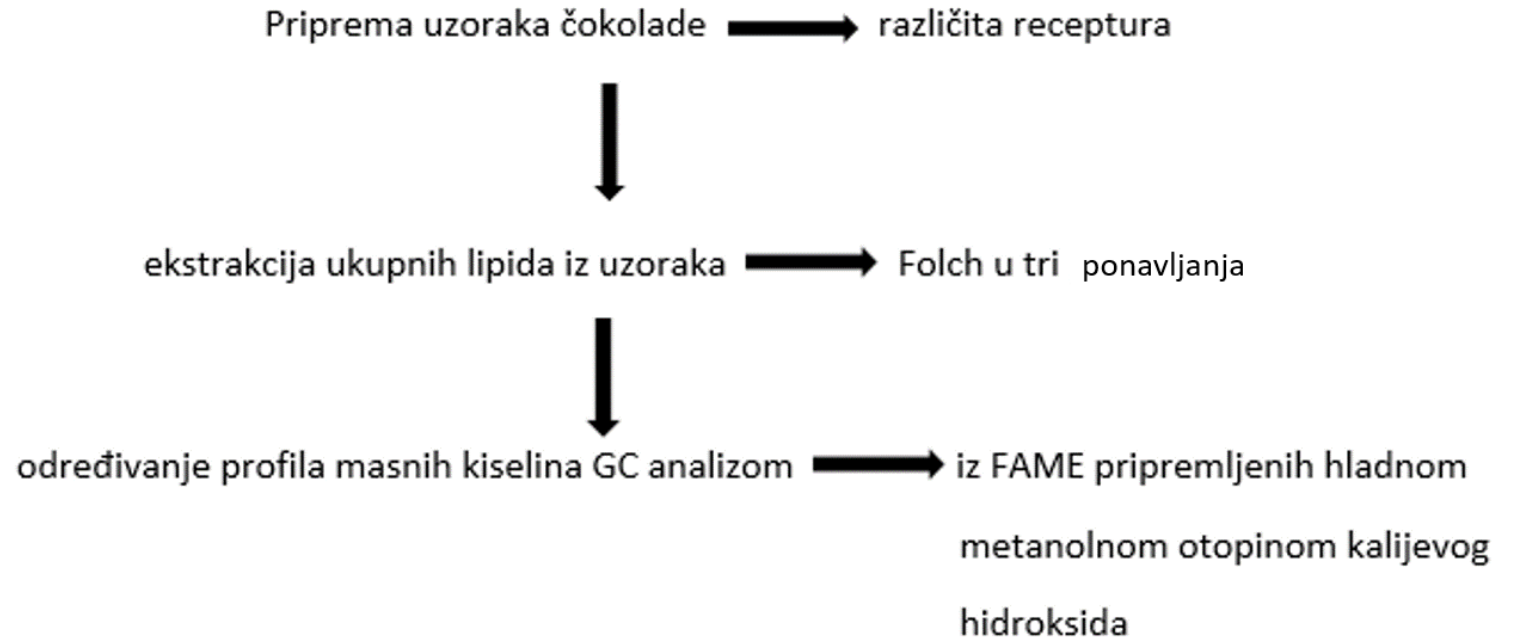
- okus (presudna karakteristika) – ovisi o viskoznosti i topivosti (tekstura) / prisutnost alkaloida (gorak okus)
- korištenje zamjena za kakaov maslac ne utječe na senzorske karakteristike

- **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

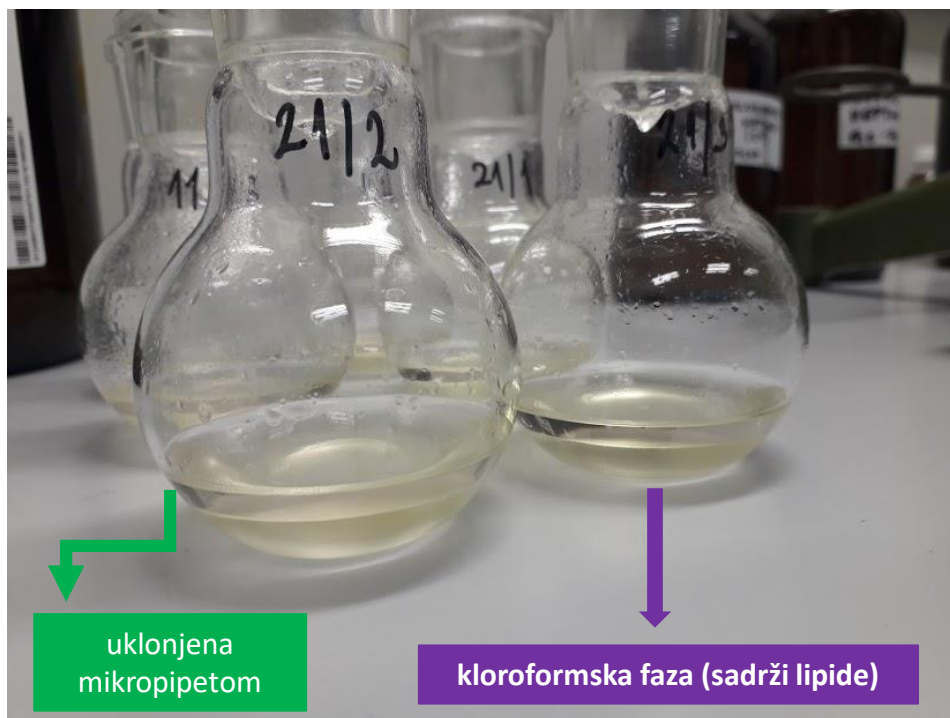
- ekstrakcija smjesom kloroform: metanol HPLC čistoće (2:1)
 - homogenizacija uzoraka
 - 20 min / 400 okretaja



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

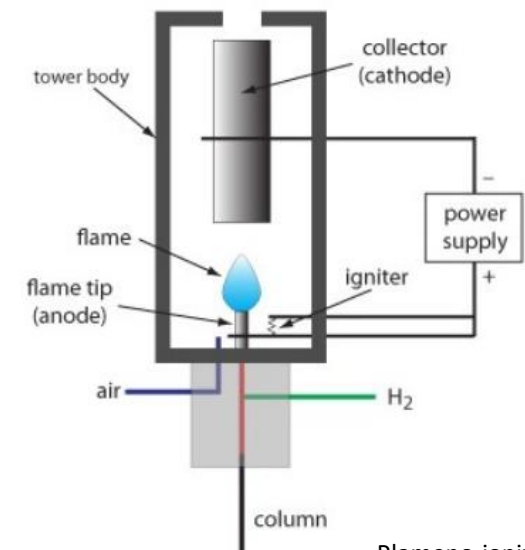
- složeni oblici lipida moraju se derivatizirati u metilne estere (hlapivi)
- dva osnovna mehanizma
 1. metilacija nakon hidrolize masnih kiselina iz lipida → uključuje alkalnu hidrolizu (saponifikaciju)
 2. izravna transesterifikacija uz prisutnost alkalnih ili kiselih katalizatora
- U radu korištena:
 - 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

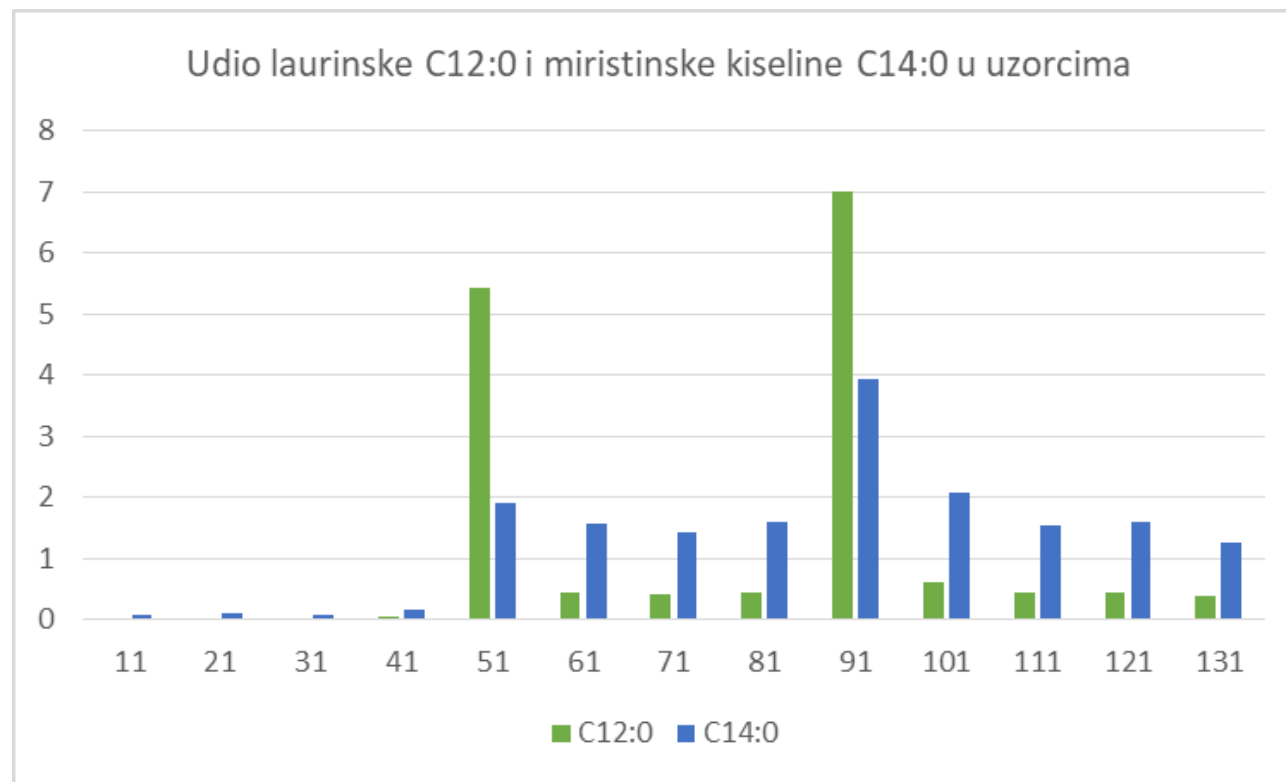
| UZORAK | UDIO UKUPNIH LIPIDA (%) | | | SREDNJA VRIJEDNOST (%) | STANDARDNO ODSTUPANJE (%) |
|--------|-------------------------|-------|-------|------------------------|---------------------------|
| | 1 | 2 | 3 | | |
| 11 | 36,38 | 36,96 | 36,78 | 36,71 | 0,30 |
| 21 | 36,81 | 36,31 | 36,72 | 36,61 | 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

| UZO RAK | 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

- Uzorcima 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

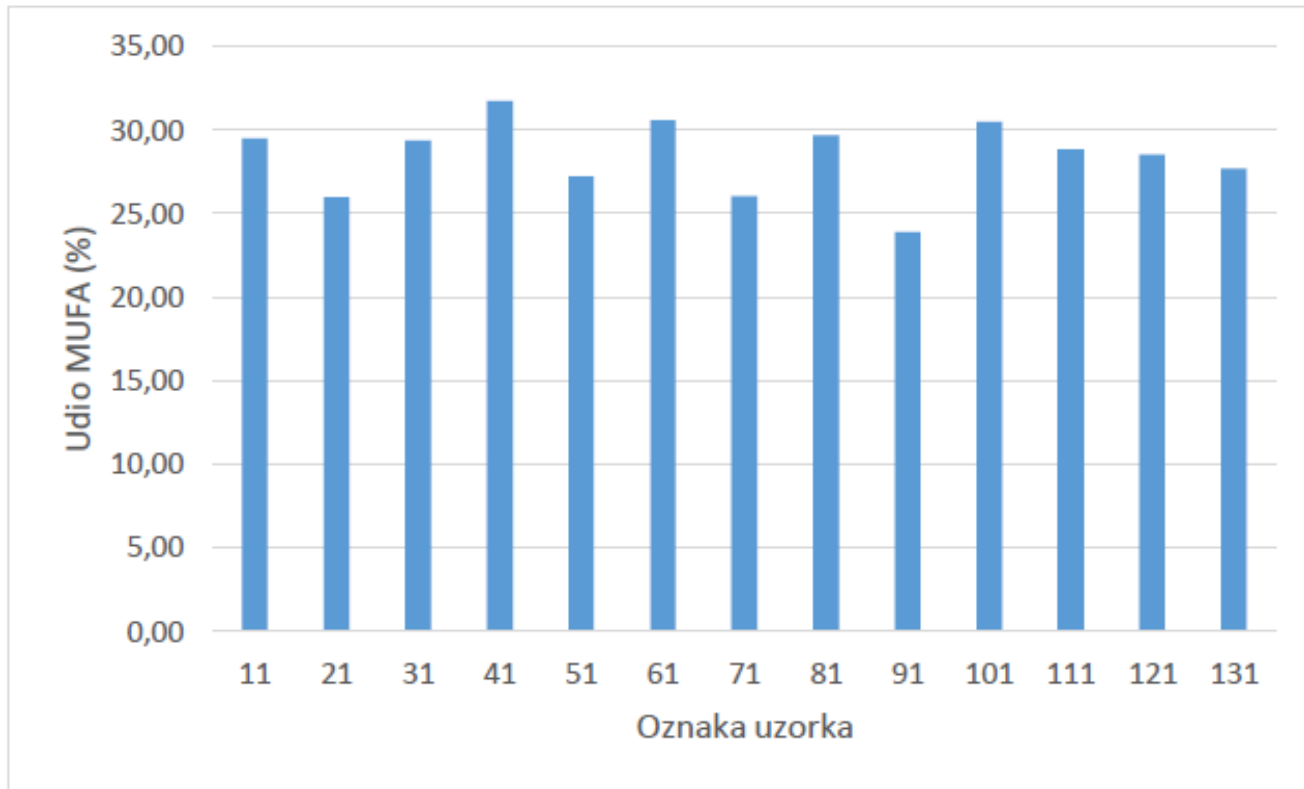
| UZORAK | UDIO MASNE KISELINE (%) | | | | |
|--------|-------------------------|------------|-----------|-----------|-----------|
| | C16:1 | C18:1n9 | C18:2n6c | C18:3n3 | C22:2 |
| 11 | 0,17±0,01 | 29,30±0,94 | 3,30±0,11 | 0,25±0,01 | 1,30±0,21 |
| 21 | 0,17±0,02 | 25,82±2,08 | 2,24±0,17 | 0,13±0,01 | 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**

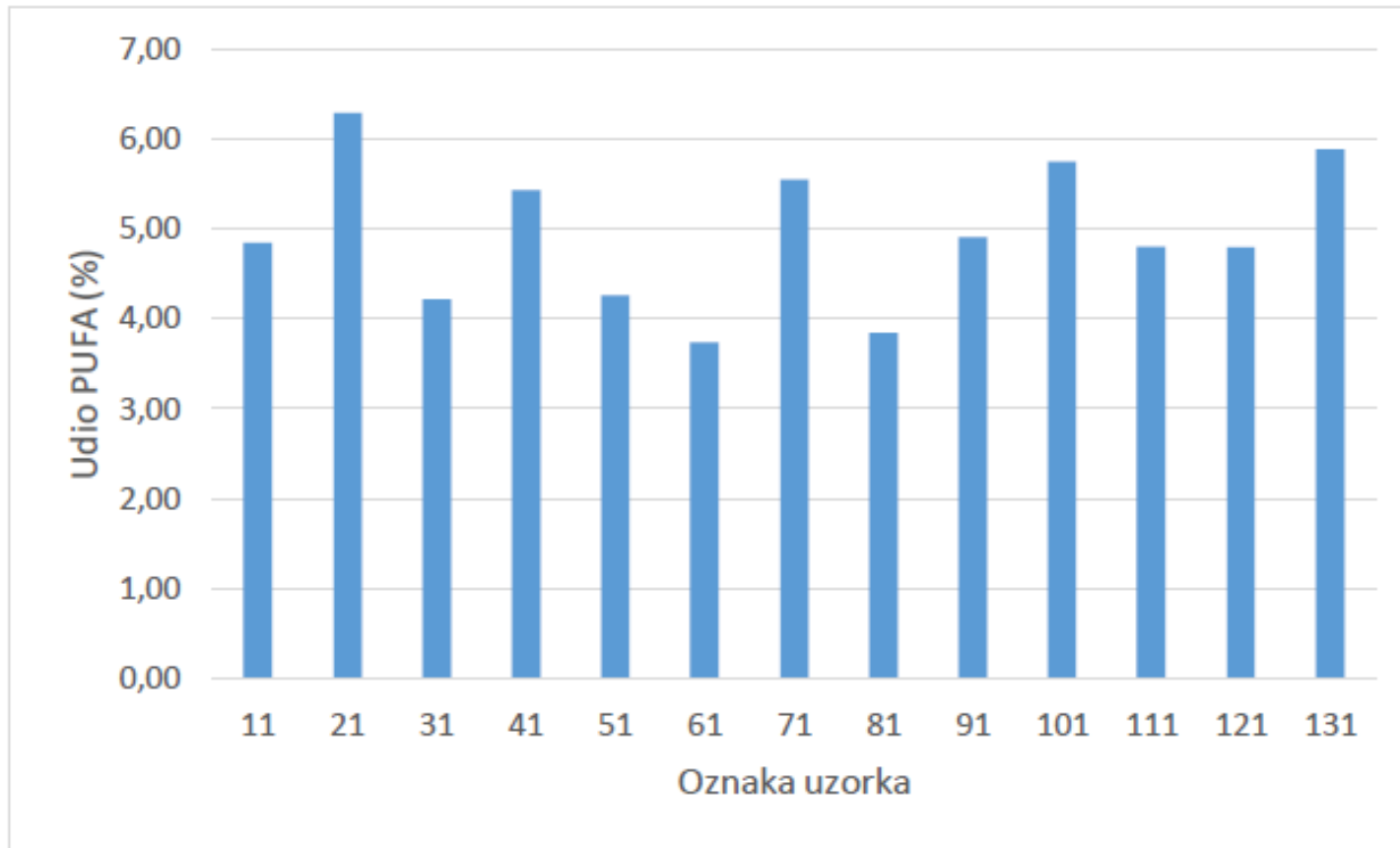
- Uzorci s dodanim emulgatorom PGPR-om (21,71) imaju veći udio dokozadienoične kiseline (C22:2)

REZULTATI I RASPRAVA – udio mononezasićenih masnih kiselina



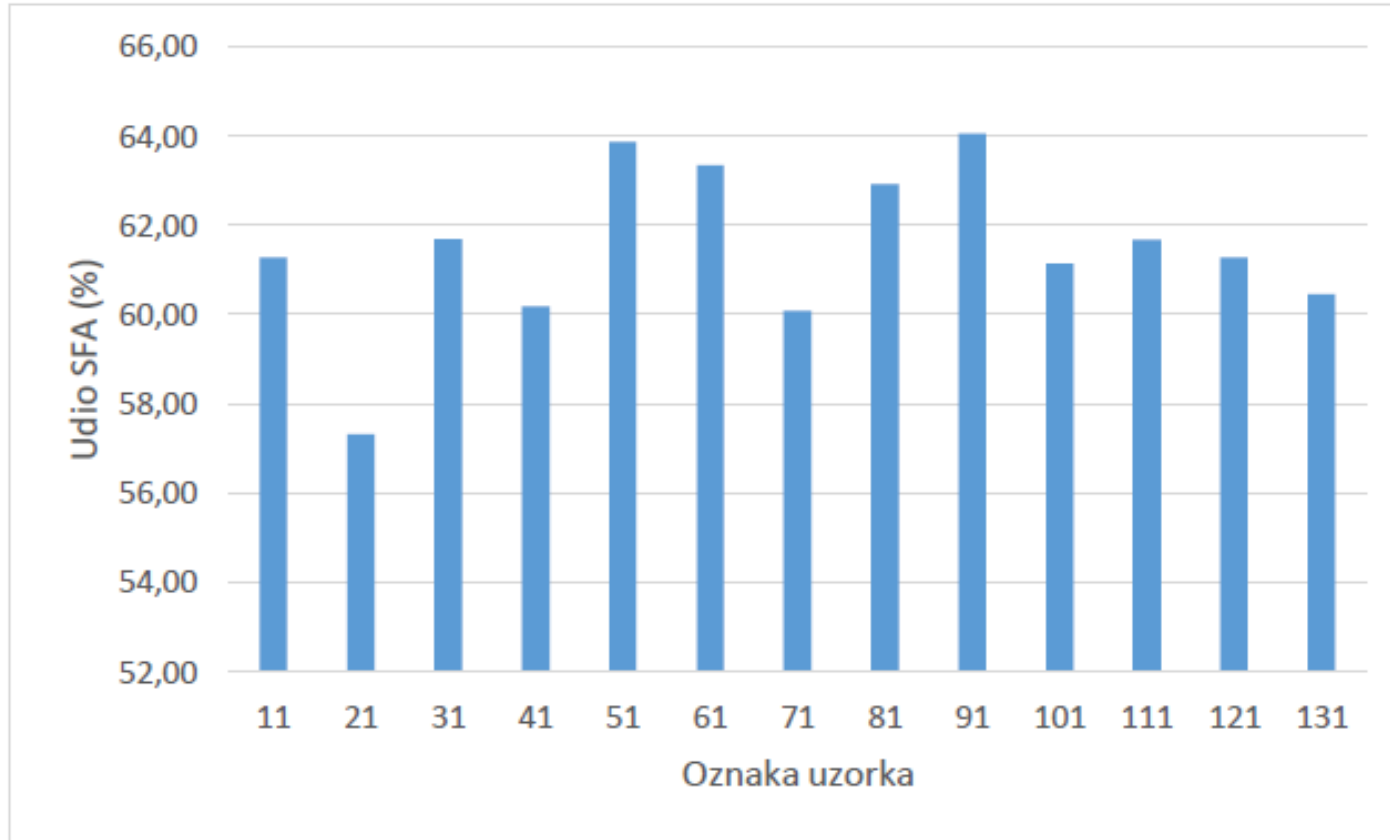
- tamne čokolade: 26 % - 32 %
- mliječne čokolade: 24 % - 31 %
- uzorci s dodatkom palminog ulja (41,101) imaju najviši udio MUFA
- uzorci s dodatkom kokosovog ulja (51,91) imaju nizak udio MUFA

REZULTATI I RASPRAVA – udio polinezasićenih masnih kiselina



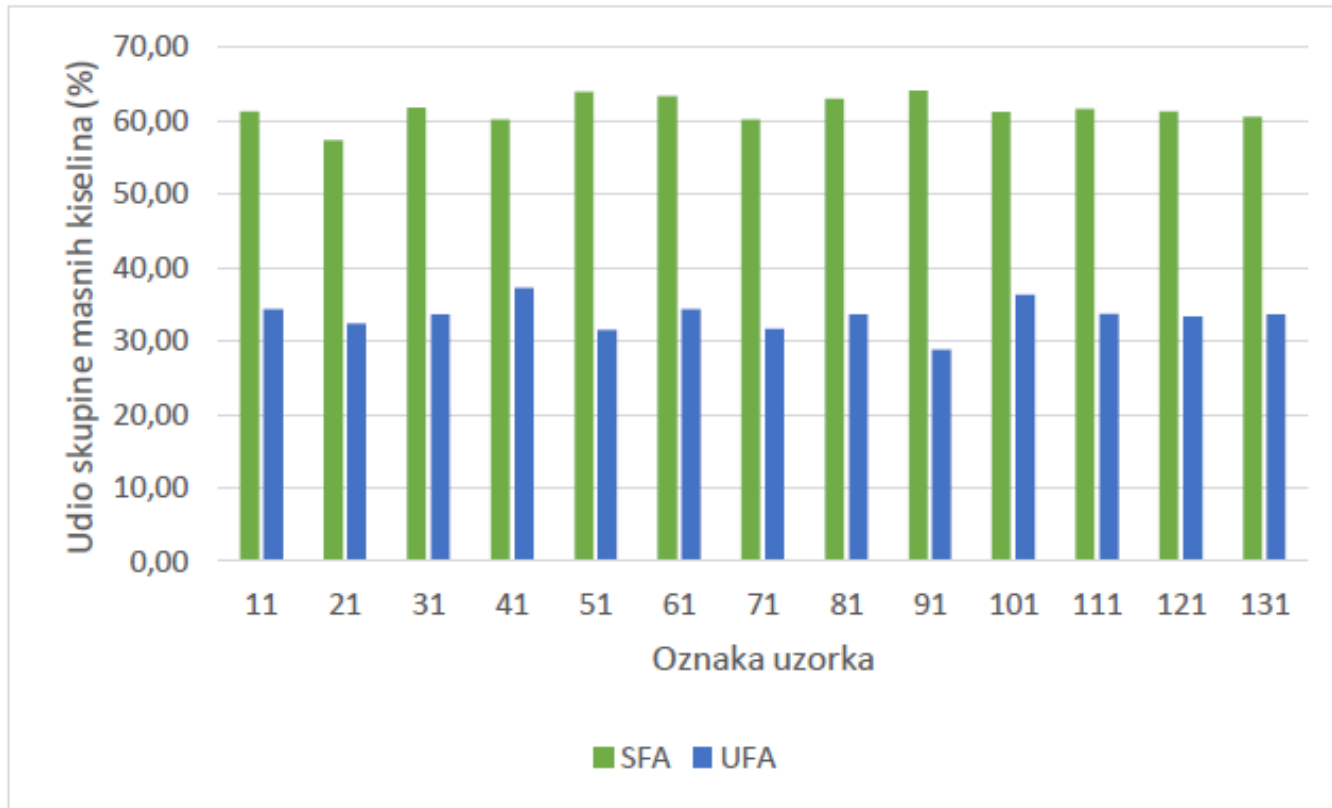
- 4 % - 6 %
- visoki udio imaju uzorci čokolada s dodatkom palminog ulja (41,101) → rezultat prisutnosti većeg udjela linolne kiseline (C18:2n6)
- uzorci 21 i 71 gdje je kao emulgator dodan PGPR također imaju visok udio

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 !

