

مقایسه روش تیتراسیون Hanus با FT-NIR در تعیین میزان اندیس ید روغن و چربی‌ها

دکتر حجت صادقی علی آبادی^۱، فرحناز غفاری^۲

چکیده

سابقه و هدف: اندازه‌گیری اندیس ید (IV) در کنار عواملی چون اندیس اسیدی، اندیس پراکسید، اندیس صابونی، درصد اسیدهای چرب تارنس، اندیس رفراکسیون و سایر موارد در کنترل روغن‌ها و چربی‌های خوراکی از اهمیت ویژه‌ای برخوردار است. IV به عنوان معیاری برای درجه غیراشباعی اسیدهای چرب برای انواع این اسیدها متفاوت است و بنابراین در بسیاری از موارد با اندازه‌گیری سریع این اندیس می‌توان تا حدودی به نوع روغن پی‌برد. Iodine Value (IV) غالباً به روش تیتراسیون Wijs یا هانوس تعیین مقدار می‌گردد ولی اخیراً استفاده از Fourier Transform Near Infra Red (FT-NIR) برای تعیین آن در دنیا مطرح گردیده است. بسیاری از منابع موجود وابسته بودن مقدار IV به روش مورد استفاده را تأکید کرده‌اند، لذا به منظور مقایسه میزان IV به دو روش تیتراسیون هانوس و FT-NIR این تحقیق انجام گرفت.

مواد و روش‌ها: ۲۰ نمونه روغن مورد بررسی در این پروژه همگی از کارخانجات داخلی کشور تهیه و مورد آزمایش قرار گرفتند. از ۷ نمونه جامد مقدار ۵۰۰ میلی‌گرم از هر یک و از روغن‌های مایع هر کدام ۲۵۰ میلی‌گرم دقیقاً توزین شد و در ۱۰ میلی‌لیتر کلروفرم حل شد. پس از افزودن ۲۵ میلی‌لیتر از محلول یدی هانوس به مدت ۳۰ دقیقه در تاریکی قرار گرفتند. آنگاه ۱۰ میلی‌لیتر محلول یدور پتاسیم بدان افزوده شد و پس از تکان دادن شدید و افزودن ۱۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر با محلول ۰/۱ نرمال سدیم تیوسولفات تیتراژ گردید. در این مرحله ۲ قطره معرف نشاسته بدان افزوده شد و تیتراسیون تا از بین رفتن کامل رنگ آبی و رسیدن به نقطه پایانی ادامه یافت. سپس IV از معادله هانوس در سه تکرار برای هر نمونه روغن و چربی محاسبه گردید. با استفاده از FT-NIR نمونه‌های مایع مستقیماً و نمونه‌های جامد پس از ذوب کردن در ویال‌های مربوطه ریخته شد و IV با نرم‌افزار کامپیوتری در ۴ تکرار برای هر نمونه روغن و چربی تعیین گردید.

یافته‌ها: مقادیر به دست آمده از اندیس‌های یدی نشان می‌دهد که اختلاف دو روش بین ۰/۵ تا ۴/۵ درصد متغیر است و اختلاف آنها به لحاظ آماری معنی‌دار نیست. ۶۵ درصد داده‌ها کمتر از ۳ درصد و ۳۵ درصد آنها بین ۳ تا ۴/۵ درصد اختلاف داشتند ۹۰ درصد نمونه‌ها با روش FT-NIR اندیس یدی بالاتری نسبت به روش هانوس نشان داده‌اند. زمان لازم برای تعیین IV در روش هانوس ۴۵ تا ۶۰ و توسط FT-NIR حدود ۲ تا ۳ دقیقه بود.

نتیجه‌گیری: تعیین IV به روش FT-NIR به دلیل اینکه وقت و هزینه کمتری می‌گیرد و نیازی به لوازم، مواد شیمیایی و شرایط خاص آزمایشگاهی ندارد و سلامت آزمایشگر را تهدید نمی‌کند به روش تیتراسیون هانوس ارجحیت دارد و توصیه می‌شود در هر آزمایشگاهی که امکان استفاده از FT-NIR وجود داشته باشد و در تعیین IV جایگزین روش هانوس گردد.

واژگان کلیدی: اندیس ید، روش هانوس، FT-NIR، روغن‌ها و چربی‌های خوراکی.

۱- گروه شیمی درمانی، دانشگاه علوم پزشکی اصفهان

۲- آزمایشگاه کنترل غذا و دارو وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی

مقدمه

اندیس ید (Iodine Value , IV) در کنار آزمایشاتی چون اندیس اسیدی، اندیس پراکسید، اندیس صابونی، اندیس رفراکسیون، تعیین نقطه اشتعال و ... به عنوان عاملی جهت کنترل روغن‌ها و چربی‌ها است. بنا به تعریف IV عبارت است از مقدار گرم ید جذب شده برای ۱۰۰ گرم نمونه. IV به عنوان معیاری برای درجه غیراشباعی اسیدهای چرب غیراشباع مانند اسید اولئیک کاربرد دارد (۱).

مقدار IV برای نوع خاصی از روغن یا چربی ثابت است، اما عدد دقیق آن بستگی به روش خاصی دارد که برای اندازه‌گیری آن به کار می‌رود. دامنه اعدادی که به عنوان IV در گروه‌های متنوع روغن‌ها و چربی‌ها پذیرفته شده‌اند وسیع می‌باشد مثلاً موم‌ها دارای IV بسیار پایین، چربی‌های حیوانی شامل کره، پیه و ... دارای IV بین ۳۰ تا ۷۰ روغن‌های غیرخشک‌شونده (non-drying oils) نظیر روغن زیتون، روغن آراشیس و روغن بادام دارای IV بین ۸۰-۱۱۰ و روغن نیمه خشک‌شونده (semi-drying oils) مثل روغن آفتابگردان دارای IV بین ۲۰۰ - ۱۲۵ هستند. IV مناسب‌ترین و راحت‌ترین آزمایش برای تشخیص یک روغن و یا حداقل بهترین روش برای قرار دادن روغن در یک گروه خاص است. باید متذکر شد که روغن‌ها و چربی‌هایی که دارای باندهای غیراشباع کمتری هستند IV پائینی داشته و در دمای محیط به صورت جامد دیده می‌شوند و برعکس روغن‌هایی که دارای باندهای غیراشباع بیشتری هستند به صورت مایع وجود دارند (این مسئله بیانگر ارتباط بین نقطه ذوب

و IV است). از طرف دیگر هرچه درجه غیراشباعی روغنی بالاتر باشد (دارای IV بالاتری باشد) آن روغن آمادگی و استعداد بیشتری برای اکسیداسیون و تند شدن دارد. IV معمولاً به روش‌های wjjs و یا Hanus و با استفاده از تیتراسیون تعیین می‌گردد که در استانداردهای مختلفی از جمله استاندارد بریتانیا (۲)، استاندارد ایزو (۳)، آیوپاک (۴)، American Oil Chemist's Society (AOCS) (۵) و Association of Official Analytical Chemistry و (AOAC) (۶) به آنها اشاره شده است.

محاسبه IV به روش هانوس که روش اصلاح شده و بسیار شبیه wjjs است طبق معادله زیر انجام می‌گیرد (۷).
$$IV = \frac{(B - S) \times N \times 126.9}{W \times 1000}$$
 در این معادله N نرمالیتته محلول تیوسولفات سدیم، B میلی‌لیتر تیوسولفات مصرفی برای نمونه شاهد و S میلی‌لیتر تیوسولفات مصرفی برای نمونه مورد آزمایش، W وزن نمونه به گرم و ۱۲۶/۹ جرم اتمی ید می‌باشد. اگر مقدار B-S از $\frac{B}{2}$ بزرگتر باشد آزمایش باید با مقدار کمتری از نمونه تکرار شود.

در سال ۱۹۸۷ روش دیگری توسط Mohana & Indrasenan جهت تعیین IV با استفاده از N-بروموفتال ایمید و N-بروموساخارین معرفی شد (۸). مسئولین کنترل کیفی فرآورده‌های غذایی همواره در پی یافتن روش‌هایی هستند که علاوه بر داشتن صحت، دقت و سرعت مناسب، کم هزینه بوده و از ایمنی لازم نیز برخوردار و سلامت آزمایشگر را به خطر نیندازد. به عبارت دیگر روش‌های جدید آنالیز مواد خوراکی باید به گونه‌ای

ب - تهیه محلول هانوس: ۱۳/۲ گرم ید خشک در یک لیتر اسید استیک گلاسیال گرم حل شد و بعد از سرد نمودن ۳ میلی لیتر محلول برم خالص بدان اضافه شد.

ج - تهیه معرف نشاسته: یک گرم از نشاسته محلول با مقدار کافی آب سرد مخلوط شد و به هم زده شد تا خمیری شکل شود. آنگاه ۱۰۰ میلی لیتر آب جوش بدان افزوده شد و در حالی که در حال چرخیدن و به هم زدن بود به مدت یک دقیقه جوشانده شد تا معرف نشاسته به دست آید.

د - دی کرومات پتاسیم: قبل از استفاده این ماده به خوبی خرد شد و در دمای ۱۱۰ درجه خشک شد تا به وزن ثابت برسد.

ه - تهیه محلول تیوسولفات سدیم ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$): محلول ۰/۱ نرمال تیوسولفات سدیم طبق روش زیر استاندارد شد. ۰/۱۶ تا ۹/۲۲ گرم از دی کرومات پتاسیم خرد و خشک شد و پس از تزریق دقیق در یک فلاسک ۵۰۰ میلی لیتری حاوی ۲۵ میلی لیتر حل شد، سپس ۵۰ میلی لیتر اسید کلریدریک و ۲۰ میلی لیتر محلول یدور پتاسیم بدان افزوده شد و بعد از مخلوط کردن اجازه داده شد تا ۵ دقیقه بماند. آنگاه ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر بدان اضافه شد و سپس با محلول تیوسولفات سدیم تیترا شد. در حین تیترا کردن مرتباً تکان داده شد تا رنگ زرد ناپدید شود. در اینجا ۲-۱ میلی لیتر از محلول معرف نشاسته بدان افزوده شد و محلول تیوسولفات سدیم به آهستگی اضافه شد تا رنگ آبی حاصله کاملاً ناپدید شود. نرمالیه محلول تیوسولفات سدیم از رابطه زیر محاسبه شد:

$$N = \frac{(وزن دی کرومات پتاسیم \times 20394)}{\text{میلی لیتر تیوسولفات سدیم مصرفی}}$$

طراحی کردند که یک یا چند مورد از موارد فوق الذکر را ارتقاء بخشند.

از (FT-NIR) Fourier Transform Near Infra در اغلب آزمایشگاه های کنترل کیفی دارو و غذا جهت شناسایی فرآورده های مختلف استفاده می شود در مورد روغن ها و چربی ها نیز با تعویض دتکتور می توان آن را جهت تعیین مقدار مجزا و یا توام (IV) و درصد اسیدهای چرب ترانس (۹ و ۱۰)، درصد موارد جامد چربی ها (Solid Fat,) (Indew, SFI (Solid Fat Index) اندیس هیدروکسیل، تعیین مقدار رطوبت در روغن های خام (۱۱) و هم چنین تعیین اندیس پراکسید (۱۲) به کاربرد.

به منظور ارتقاء پارامترهای مذکور، در این پروژه تصمیم گرفته شد تا روش سنتی تعیین IV (روش تیتراسیون) با روش جدید FTNIR مقایسه شود. در این مقایسه عواملی چون مدت زمان انجام آزمایش، حلال ها، معرف ها و مواد شیمیایی مورد مصرف، ایمنی روش مربوطه، سلامت آزمایشگر و هزینه آزمایشات بررسی شد.

مواد و روش ها

مواد مصرفی در این پروژه همه Analytical grade و از شرکت مرک آلمان تهیه شده بود.

تهیه محلول ها و معرف ها:

الف - تهیه محلول یدور پتاسیم: ۱۵ گرم یدور پتاسیم خشک در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر حل شد تا محلول ۱۵ درصد یدور پتاسیم به دست آید. برای هر نمونه به روش تیتراسیون ده میلی لیتر از این محلول استفاده شد.

N = نرمالیده محلول تیوسولفات سدیم

مختلف داخلی ایران که برای کنترل به آزمایشگاه کنترل غذا و دارو ارسال شده بود انتخاب گردیدند که خصوصیات آنها در جدول شماره ۱ آمده است.

و- تهیه نمونه‌های روغن: ۲۰ نمونه روغن مورد آزمایش در این تحقیق از تولیدات کارخانجات

جدول ۱- مشخصات نمونه‌های روغن مورد بررسی در تعیین میزان اندیس ید به روش تیتراسیون

هانوس و FT-NIR

| ردیف | نام نمونه | جامد | مایع | تاریخ تولید | تاریخ انقضاء |
|------|----------------------|------|------|-------------|--------------|
| ۱ | مارگارین | × | - | - | - |
| ۲ | روغن اتکا ۳/۵ کیلویی | × | - | - | - |
| ۳ | روغن لادن ۳/۵ کیلویی | × | - | ۷۹/۱/۱۷ | ۸۱/۱/۱۷ |
| ۴ | روغن لادن ۴/۵ کیلویی | × | - | ۷۹/۱/۲۰ | ۸۱/۱/۲۰ |
| ۵ | روغن ناب | × | - | ۷۷/۷/۱۹ | ۷۸/۷/۱۹ |
| ۶ | روغن زیتون خام | - | × | - | - |
| ۷ | روغن تصفیه شده کلزا | - | × | - | - |
| ۸ | روغن ورامین | × | - | ۷۸/۸/۱۱ | ۸۰/۸/۱۱ |
| ۹ | روغن خام سویا | - | × | - | - |
| ۱۰ | روغن نسترن | - | × | - | - |
| ۱۱ | روغن لادن | - | × | ۷۸/۱۲/۸ | ۸۰/۶/۸ |
| ۱۲ | روغن کوبک | - | × | ۷۸/۱۰/۲۹ | ۷۹/۱۰/۲۹ |
| ۱۳ | روغن آفتاب | - | × | ۷۸/۷/۵ | ۷۹/۷/۵ |
| ۱۴ | روغن زیتون | - | × | ۹۹/۱۱ | ۲۰۰/۱/۵ |
| ۱۵ | روغن ناب | × | - | ۷۹/۲/۱۱ | ۸۰/۲/۱۱ |
| ۱۶ | روغن خام آفتابگردان | - | × | - | - |
| ۱۷ | روغن دامون | - | × | ۷۸/۷/۲۶ | ۷۹/۷/۲۶ |
| ۱۸ | روغن خام آفتابگردان | - | × | - | - |
| ۱۹ | روغن زیتون ارسطو | - | × | - | - |
| ۲۰ | روغن زیتون کوبک | - | × | ۷۷/۱۰ | ۸۰/۱۰ |

تعیین مقدار اندیس ید به روش تیتراسیون (با استفاده از محلول هانوس): از چربی مقدار ۰/۵ گرم و از روغن‌ها ۲۵۰ میلی‌گرم (در مورد روغن‌هایی که قدرت جذب بالایی دارند ۱۰۰ تا ۲۰۰ میلی‌گرم) دقیقاً توزین شد و در داخل یک ارلن درب‌دار کاملاً خشک ۵۰۰ میلی‌لیتری ریخته شد و با ۱۰ میلی‌لیتر

کلروفرم حل گردید. سپس ۲۵ میلی‌لیتر از محلول یدی هانوس به آن افزوده شد و به مدت ۳۰ دقیقه ارلن در محلی تاریک قرار داده شد و گاهی تکان داده شد (رعایت مدت زمان ۳۰ دقیقه اهمیت دارد) پس از زمان ۳۰ دقیقه، ۲۰ میلی‌لیتر از محلول یدور پتاسیم ۱۵ درصد به آن افزوده شد و به شدت تکان

دکتور این دستگاه از نوع DTGS و روش مورد استفاده برای تعیین IV در این سیستم با کد GLOBS. MOD مشخص شده بود.

برای تعیین مقدار IV یک میلی‌لیتر از نمونه روغن مایع یا چربی ذوب شده را با سرنگ درون لوله‌های شیشه‌ای (یک یا چند بار مصرف) مخصوص دستگاه به ابعاد (۵×۴۰ میلی‌متر) به گونه‌ای که عاری از حباب هوا باشد ریخته شد و در حرارت ثابت ۶۵ درجه سانتی‌گراد نسبت به آنالیز IV اقدام گردید. هر نمونه چهار بار مورد آنالیز با FT-NIR قرار گرفت (n=۴).

نگهداری و آماده سازی نمونه: نمونه‌های روغن و چربی پس از ورود به آزمایشگاه و قبل از انجام آزمایش در تاریکی و در دمای یخچال نگهداری گردید. نمونه‌های مایع مستقیماً توزین شد و مورد آنالیز قرار گرفت. هفت نمونه جامد ابتدا ذوب شد و از دو لایه کاغذ صافی عبور داده شد تا ذرات خارجی و یا احیاناً مقادیر جزئی آب آن حذف گردد زیرا نمونه باید کاملاً خشک و بی‌آب باشد. نمونه عبور کرده از کاغذ صافی تا حرارت ۶۸ الی ۷۱ درجه سانتی‌گراد سرد شد و قبل از جامد شدن مجدد مقدار مورد نیاز روغن دقیقاً توزین شد و در ارلن شیشه‌ای کاملاً خشک و تمیز و یا در لوله‌های شیشه‌ای مخصوص دستگاه FT-NIR جهت آنالیز ریخته شد. مقدار دقیق نمونه مورد نیاز با توجه به حدود یا دامنه IV در جدول شماره ۲ آمده است.

داده شد. سپس ۱۰۰ میلی‌لیتر آب مقطر تازه جوشیده و سرد شده بدان افزوده شد و درب ارلن نیز شسته شد تا ید اضافی چسبیده به آن به داخل محلول منتقل شود. آنگاه محلول داخل ارلن (ید) با محلول ۰/۱ نرمال تیوسولفات سدیم استاندارد شد و تیترو گردید. محتویات داخل ارلن مرتباً به هم زده شده و تیترو ادامه یافت تا محلولی زردرنگ حاصل گردید. در این مرحله ۲-۳ قطره از معرف نشاسته به آن افزوده شد و عمل تیتراسیون ادامه یافت تا رنگ آبی حاصله کاملاً از بین برود و رنگ محلول سفید گردد. در نزدیکی نقطه پایانی محلول داخل ارلن به شدت تکان داده شد تا هر ذره از ید باقی‌مانده در کلروفورم با محلول یدور پتاسیم جذب گردد.

همراه با نمونه روغن، آزمایشات روی دو نمونه شاهد نیز تکرار شد و IV به روش هانوس محاسبه گردید. هر نمونه سه بار در زمان‌های متفاوت مورد آنالیز قرار گرفت (n=۳).

روش تعیین مقدار اندیس یدی با FT-NIR
دستگاه مورد استفاده: جهت اندازه‌گیری IV روغن‌ها و چربی‌های مورد بررسی از دستگاه FT-NIR با مارک BOMEM ساخت کشور کانادا که مجهز به دستگاه آنالیزکننده روغن‌ها و چربی‌های مدل MB 160D متصل به یک دستگاه کامپیوتر با نرم‌افزار AIRS (Advance IR Software version) که قسمت نمونه‌گیری آن مجهز به سیستم قابل کنترل درجه حرارت بود (برای اینکه همه نمونه‌ها در طول آزمایش در حالت مایع باقی بمانند) استفاده گردید.

جدول ۲ - مقدار نمونه مورد نیاز برای آزمایش FT-NIR با توجه به حدود اندیس ید.

| ردیف | اندیس ید | مقدار نمونه (گرم) | دقت (میلی گرم) |
|------|----------|-------------------|----------------|
| ۱ | ۳ | ۸/۴۶-۱۰/۵۸ | ±۰/۵ |
| ۲ | ۱۰ | ۲/۵۴-۳/۱۷ | ±۰/۲ |
| ۳ | ۲۰ | ۱/۲۷-۱/۵۹ | ±۰/۲ |

| | | | |
|------|-----------|-----|---|
| ±۰/۲ | ۰/۶۳-۰/۷۹ | ۴۰ | ۴ |
| ±۰/۲ | ۰/۳۲-۰/۴۰ | ۸۰ | ۵ |
| ±۰/۲ | ۰/۲۱-۰/۲۶ | ۱۲۰ | ۶ |
| ±۰/۲ | ۰/۱۶-۰/۲۰ | ۱۶۰ | ۷ |
| ±۰/۲ | ۰/۱۳-۰/۱۶ | ۲۰۰ | ۸ |

دامنه قابل قبول آن در انواع روغن‌های مورد مصرف در ایران با توجه به استانداردهای ملی ایران در جدول شماره ۳ مشخص گردیده است (۶).

جدول ۳ - دامنه اندیس های ید قابل قبول برای انواع روغن های مورد مصرف در ایران

| ردیف | نوع روغن | دامنه اندیس ید قابل قبول | مرجع استاندارد ایران |
|------|--------------------------|--------------------------|----------------------|
| ۱ | انواع روغن های فنادی | ۶۰-۸۵ | ۱۵۶ |
| ۲ | روغن های گیاهی سرخ کردنی | ۸۸-۹۴ | ۴۱۵۲ |
| ۳ | کره نباتی (مارگارین) | حداقل ۷۵ | ۱۴۳ |
| ۴ | کره پاستوریزه | ۲۶-۴۰ | ۱۶۲ |
| ۵ | روغن های نباتی هیدروژنه | حداقل ۷۵ | ۱۴۴ |
| ۶ | انواع روغن زیتون خوراکی | ۸۹-۸۹ | ۱۴۲۶ |
| ۷ | روغن مایع آفتابگردان | ۱۲۲-۱۴۰ | ۴۲ |
| ۸ | روغن مایع کنجد خوراکی | ۱۰۴-۱۲۰ | ۱۷۵۲ |
| ۹ | روغن مایع سویا خوراکی | ۱۲۰-۱۴۱ | ۱۱۸۴ |
| ۱۰ | روغن سویا نیمه هیدروژنه | ۱۰۵-۱۱۸ | ۱۱۸۴ |
| | وویترایز شده | | |
| ۱۱ | روغن پنبه دانه تصفیه شده | ۹۹-۱۱۵ | ۴۲ |
| ۱۲ | روغن پنبه دانه خوراکی | حداکثر ۱۱۲ | ۱۷۲۳ |
| ۱۳ | روغن ذرت مایع خوراکی | ۱۰۳-۱۲۸ | ۱۴۴۷ |
| ۱۴ | روغن مایع کلزا | ۱۱۰-۱۲۶ | پیش نویس |

یافته‌ها

درصد و ۳۵ درصد آنها بین ۳ تا ۴/۵ درصد اختلاف داشتند. در ۱۸ نمونه (۹۰ درصد) روش FT-NIR اندیس یدی بالاتری را نسبت به روش تیتراسیون هانوس نشان داد.

میانگین اندیس‌های یدی روغن‌ها به تفکیک نمونه‌ها در جدول شماره ۱ ارائه گردیده است و نشان می‌دهد که درصد اختلاف IV در دو روش تیتراسیون هانوس و FT-NIR بین ۰/۵ تا ۴/۵ متغیر است. ۶۵ درصد داده‌ها در دو روش کمتر از ۳

جدول ۴ - اندیس‌های یدی روغن بر حسب روش‌های تیتراسیون هانوس FT-NIR به تفکیک نمونه‌های روغن

| ردیف | نام نمونه | میانگین به روش تیتراسیون هانوس | میانگین به روش FT-NIR | درصد اختلاف دو روش |
|------|----------------------|--------------------------------|-----------------------|--------------------|
| ۱ | مارگارین | ۷۹/۶۰ | ۸۲/۵۶ | ۳/۷۰ |
| ۲ | روغن انکا ۳/۵ کیلویی | ۸۲/۶۰ | ۸۴/۵۱ | ۲/۳۰ |
| ۳ | روغن لادن ۳/۵ کیلویی | ۸۲/۱۴ | ۸۲/۹۰ | ۰/۹۲ |
| ۴ | روغن لادن ۴/۵ کیلویی | ۸۰/۵۰ | ۸۱/۲۹ | ۰/۹۸ |
| ۵ | روغن ناب | ۸۱/۵۲ | ۸۴/۰۸ | ۳/۱۰ |
| ۶ | روغن زیتون خام | ۸۴/۳۹ | ۸۸/۲۱ | ۴/۵۰ |
| ۷ | روغن تصفیه شده کلزا | ۱۲۰/۴۰ | ۱۲۴/۹۷ | ۳/۸۰ |
| ۸ | رون ورامین | ۷۸/۱۵ | ۷۹/۸۲ | ۲/۱۰ |
| ۹ | روغن خام سویا | ۱۲۹/۲۰ | ۱۳۲/۰۸ | ۲/۲۰ |
| ۱۰ | روغن نسترن | ۱۳۰/۰۵ | ۱۳۳/۷۵ | ۲/۸۰ |
| ۱۱ | روغن لادن | ۱۳۱/۱۰ | ۱۳۶/۲۴ | ۳/۹۰ |
| ۱۲ | روغن کوکب | ۱۲۹/۴۰ | ۱۳۱/۵۲ | ۲/۷۰ |
| ۱۳ | روغن آفتاب | ۱۲۷/۹۵ | ۱۳۲/۱۵ | ۳/۲۰ |
| ۱۴ | روغن زیتون | ۸۶/۷۴ | ۸۵/۵۵ | ۱/۴۰ |
| ۱۵ | روغن ناب | ۷۹/۸۳ | ۷۶/۳۴ | ۴/۳۰ |
| ۱۶ | روغن خام آفتابگردان | ۱۳۰/۰۵ | ۱۳۲/۸۲ | ۲/۱۳ |
| ۱۷ | روغن دامون | ۱۲۹/۸۹ | ۱۳۰/۵۷ | ۰/۵۰ |
| ۱۸ | روغن خام آفتابگردان | ۱۲۸/۲۰ | ۱۲۹/۹۲ | ۱/۳۴ |
| ۱۹ | روغن زیتون ارسطو | ۸۶/۶۳ | ۸۸/۶۸ | ۲/۴۰ |
| ۲۰ | روغن زیتون کوکب | ۱۲۸/۷۶ | ۱۳۱/۰۲ | ۱/۷۶ |

اندیس‌های ید به مرز حداقل یا حداکثر دامنه قابل قبول نزدیک بودند.

در مورد روغن‌های جامد IV غالباً به مرز حداقل دامنه قابل قبول ولی در مورد روغن‌های مایع این اندیس به مرز حداکثر دامنه قابل قبول نزدیک‌تر بود.

نتایج نشان می‌دهد که غالباً (۹۵ درصد) اندیس‌های ید در دامنه قابل قبول و فقط یک مورد یعنی روغن زیتون کوکب خارج از دامنه قابل قبول بود که احتمالاً با سایر روغن‌ها مانند آفتابگردان، کنجد، سویا، ذرت و یا کلزا مخلوط شده است که نوعی تقلب محسوب می‌گردد. البته بعضی از

به ویال‌های نگهداری نمونه که می‌توانند از نوع یک‌بار مصرف یا قابل شستشو باشند نیاز است.

ید، برم و کلروفرم که در روش تیتراسیون هانوس به کار می‌روند می‌توانند برای سلامت آزمایشگر مضر باشند که در FT-NIR این مسئله وجود ندارد. هزینه انجام آزمایشات در دو روش قابل مقایسه نبود و انجام آزمایش طبق روش FT-NIR هزینه بسیار پایین‌تری را دربرداشت.

دقت و صحت انجام آزمایش به روش FT-NIR بیشتر از روش سنتی تیتراسیون با خطاهای مربوطه بود.

انجام اندیس ید به روش FT-NIR نیاز به فضا یا زمان و مکان خاصی نداشت (بر خلاف روش تیتراسیون که به محیط تاریک نیاز دارد).

در نهایت توصیه می‌شود در آزمایشگاه‌هایی که دستگاه FT-NIR وجود دارد دستگاه به دکتور مربوطه مجهز شود تا بتوان به راحتی IV را اندازه گرفت و با توجه به توانایی FT-NIR جهت اندازه‌گیری درصد اسیدهای چرب ترانس، اندیس هیدروکسیل و تعیین مواد جامد روغن‌ها می‌توان آزمایشگاه‌های کنترل غذا را به آن مجهز نمود تا در زمان کم و با هزینه‌ای ناچیز نسبت به آنالیز دقیق و سریع نمونه‌های روغنی اقدام کرد.

قدردانی و تشکر

نویسندگان بر خود واجب می‌دانند از آقای دکتر چراغعلی مدیرکل آزمایشگاه‌های کنترل غذا و دارو که اجازه دادند تا از دستگاه‌های آزمایشگاه جهت انجام پروژه استفاده شود و همچنین از آقای دکتر نیازی به خاطر همکاری در انجام آزمایشات تشکر و قدردانی گردد.

زمان لازم برای تعیین اندیس ید در روش تیتراسیون هانوس ۴۵ تا ۶۰ دقیقه بود و این زمان برای روش FT-NIR بین ۲ تا ۳ دقیقه بود. کارخانجات مختلف نسبت به درج تاریخ تولید و انقضاء بر روی فرآورده‌های خود رویه متفاوتی را برگزیده‌اند و مدت مصرف روغن‌های مورد بررسی از ۱۰ ماه (روغن زیتون ارسطو) تا ۳ سال (روغن زیتون کوکب) متفاوت بود ضمن اینکه در ۸ مورد (۴۰ درصد) هیچ‌گونه تاریخی بر روی فرآورده قید نشده بود.

روغن زیتون ارسطو با اینکه ۱۰ ماه تاریخ مصرف داشت و در ماه پنجم بعد از تولید مورد آنالیز قرار گرفته بود ولی IV آن نزدیک به مرز حداکثر دامنه قابل قبول (۸۶/۶۳) در روش تیتراسیون هانوس و ۸۸/۶۸ در روش FT-NIR نسبت به حداکثر مرز دامنه قابل قبول (۸۹) بود. که احتمالاً (GMP) Good Manufacturing Practice یا پروسه تولید در این واحد تولیدی دچار اشکال است.

بحث

اندیس ید به روش تیتراسیون هانوس ۶۰-۴۵ دقیقه برای هر نمونه وقت نیاز دارد درحالی که در FT-NIR بین ۲-۳ دقیقه وقت برای هر نمونه کافی است.

مواد شیمیایی نسبتاً زیادی برای روش هانوس نیاز است در صورتی که در FT-NIR هیچ ماده شیمیایی مورد نیاز نیست.

ظروف و لوازم آزمایشگاهی متعددی جهت روش هانوس مورد نیاز است ولی در FT-NIR فقط

References:

- 1- Pearson. Pearson' s composition and analysis of food. 9th ed. London, Longman Group Limited, 1997; p: 609-55.
- 2- British Standard 684. 1980; Section 2.13.
- 3- International Standard (ISO 3961).
- 4- IUPAC standard methods for the analysis of oils, fat and derivatives. 7th ed. Oxford, Blackwell Scientific publications, 1987.
- 5- American Oil Chemist' s Society (AOCS) . 1978; 1-25.
- 6- Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemistry (AOAC). 16th ed. 1995.
- 7- Pure and applied chemistry. 1990; p: 62, 2239.
- 8- Mohana DC, Indrasenan P. Determination of fat and oil. Int J Food Sci Tech 1987; 22: 339.
- 9- Sedman J, Vander Voort FR, Ismail AA. Simultaneous determination of iodine value and trans content of fats and oils by single-bounce horizontal attenuated total reflectance fourier transform infrared spectroscopy. J Am Oil Chem Soc 2000; 66: 399-403.
- 10- Adam M, Mossoba MM, Lee T. Rapid determination of total trans fat content by attenuated total reflection infrared spectroscopy: an international collaborative study. J Am Oil Chem Soc 2000; 77: 457-62.
- 11- Cheman YB, Mirghani MES. Rapid method for determining moisture content in crude palm oil by fourier transform infrared spectroscopy. J Am Oil Chem Soc 2000; 77: 631-37.
- 12- Ma K, Vander Voort FR, Ismail AA, Zhuo H, Cheng B. Monitoring peroxide value in taltiquor manufacture by fourier transform infrared spectroscopy. J Am Oil Chem Soc 2000; 77: 681-85.