



使用 microESR 监测食用油氧化

植物油酸败是食品相关行业的一大难题。酸败发生在储存期间，由不饱和脂肪酸氧化所致，会产生异臭，影响产品风味。而氧化稳定性的影响因素包括氧气、温度、金属和光照等。内源性抗氧化剂或添加的抗氧化剂均可提升食用油的抗氧化能力。虽然随着时间推移，氧化作用会不可避免地发生，但可以通过优化加工方法和储存条件等方式来使氧化作用降至最低，从而最大限度地延长货架期。

ESR 强制氧化试验

该试验使用 microESR (electron spin resonance, 电子自旋共振) 台式波谱仪来检测食用油中形成的自由基。在该试验中，食用油样品与一种被称为自旋捕捉剂的特殊试剂在 70°C 的环境中共同培养。由于形成的自由基寿命太短，无法直接被 ESR 检测到。但自由基被自旋捕捉剂捕捉时，将形成被称为自由基加合物的稳定配合物。ESR 可轻易检测到该自由基加合物。形成的自由基加合物的浓度与食用油的耐氧化性有关，自由基加合物浓度越高，食用油耐氧化性越低。

microESR 可用来监测两种氧化测量方法：

- **氧化曲线：**每隔一段时间测量一次样品氧化水平。例如：样品在 70°C 的温度下加热，每隔 20 分钟记录一次波谱。随着自由基形成的越多，ESR 信号幅度也逐渐增大。用户可指定试验时长，然后可确定自由基形成前的诱导时间和自由基浓度。根据油的种类和加热温度，试验时间从 30 分钟到 3 小时不等。

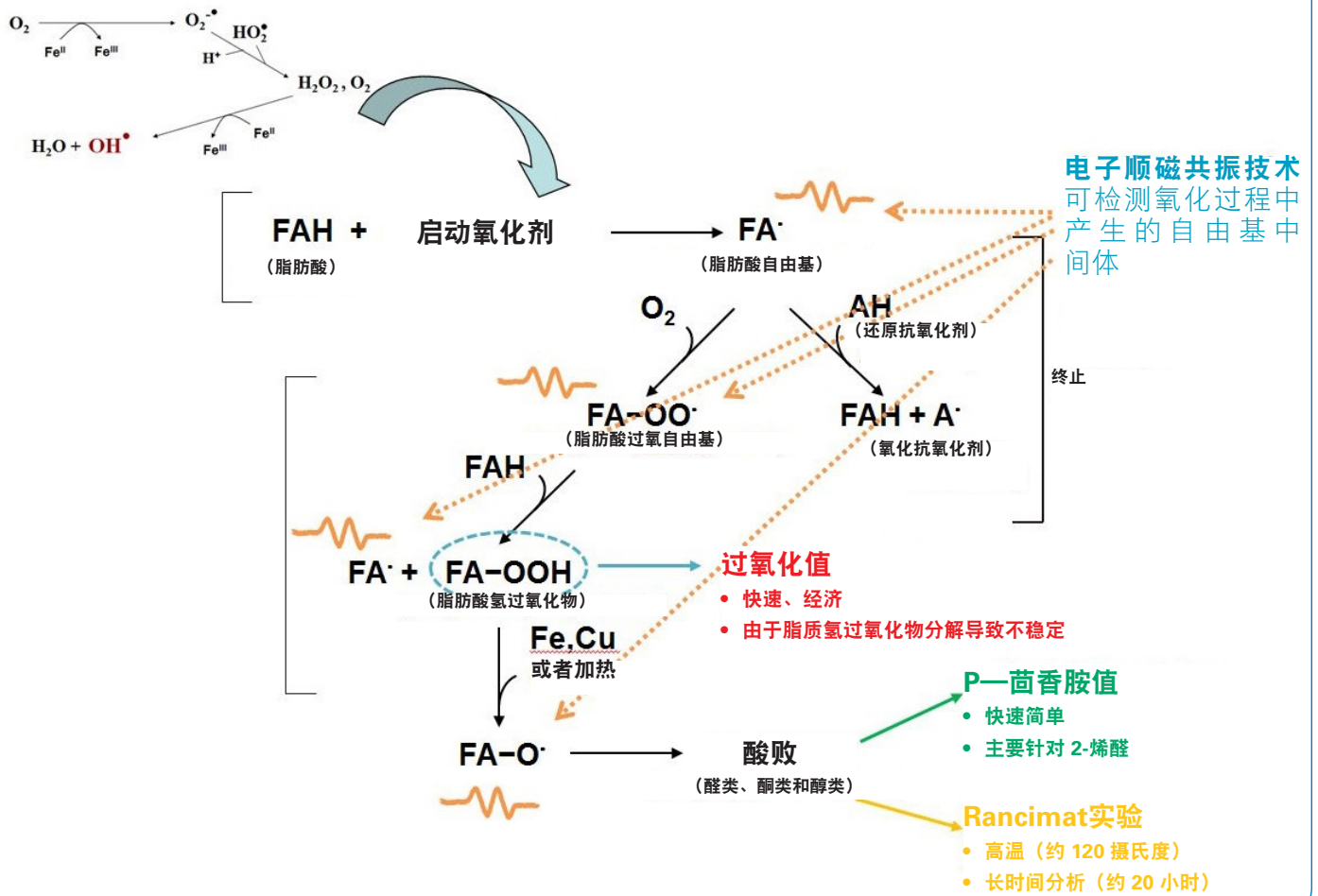
图1



布鲁克 microESR

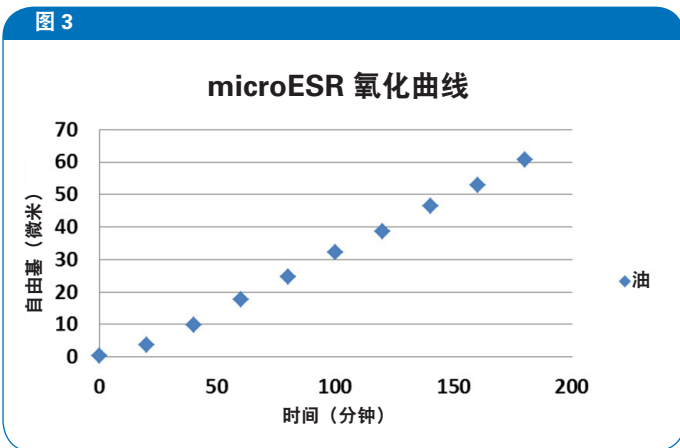
- **终点测量：**样品氧化水平是在用户定义的终点处进行测量的。将样品在 70°C 的温度下加热指定时间，然后可获取单个 ESR 波谱，并确定指定终点处的自由基浓度。该试验版本下的样本通量更高，自旋捕捉剂用量更少。

图2



自由基氧化和典型的试验方法。

图 3



食用油氧化曲线示例。

再现性

与其他测量氧化稳定性的技术（经常观察到操作员变异性）相比，microESR 的测量十分精确。氧化曲线和终点测量的变异系数（CV）均低于 5%。

示例：不适当的储存条件

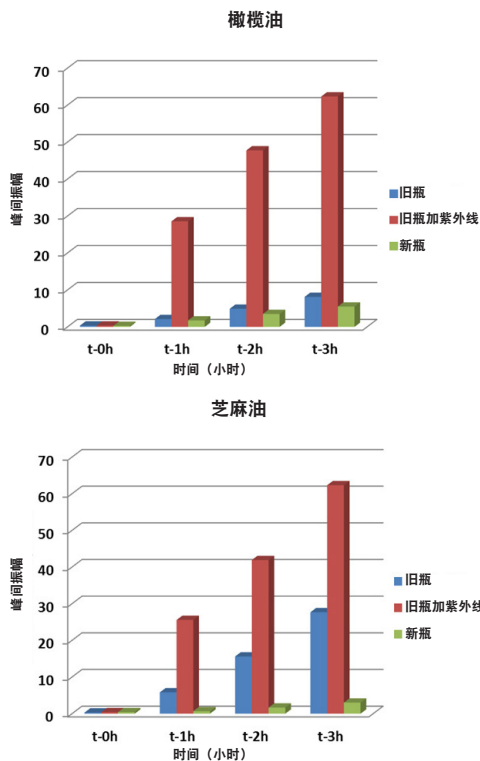
紫外线照射

氧化稳定性受许多因素影响，例如光照。食用油中抗氧化剂的含量不同，紫外线照射的影响也会有所不同。受紫外线照射后，食用油中的自由基浓度可以增加 7 倍（例如橄榄油）。食用油的新鲜度也可以进行监测。将旧油（但尚未过期）与新油进行比较，试验过程中形成的自由基增加了 10 倍（见图 4 中的芝麻油示例）。

杂质

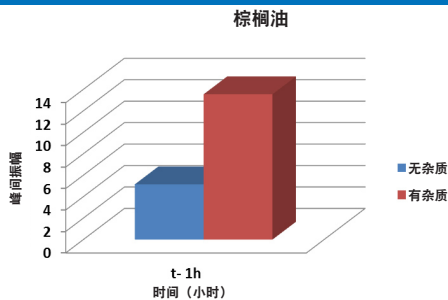
氧化稳定性也受杂质影响，例如铁等过渡金属。在下方示例中，金属的存在将棕榈油中的氧化信号提高了近 3 倍。

图 4



紫外线对食用油氧化稳定性的影响。

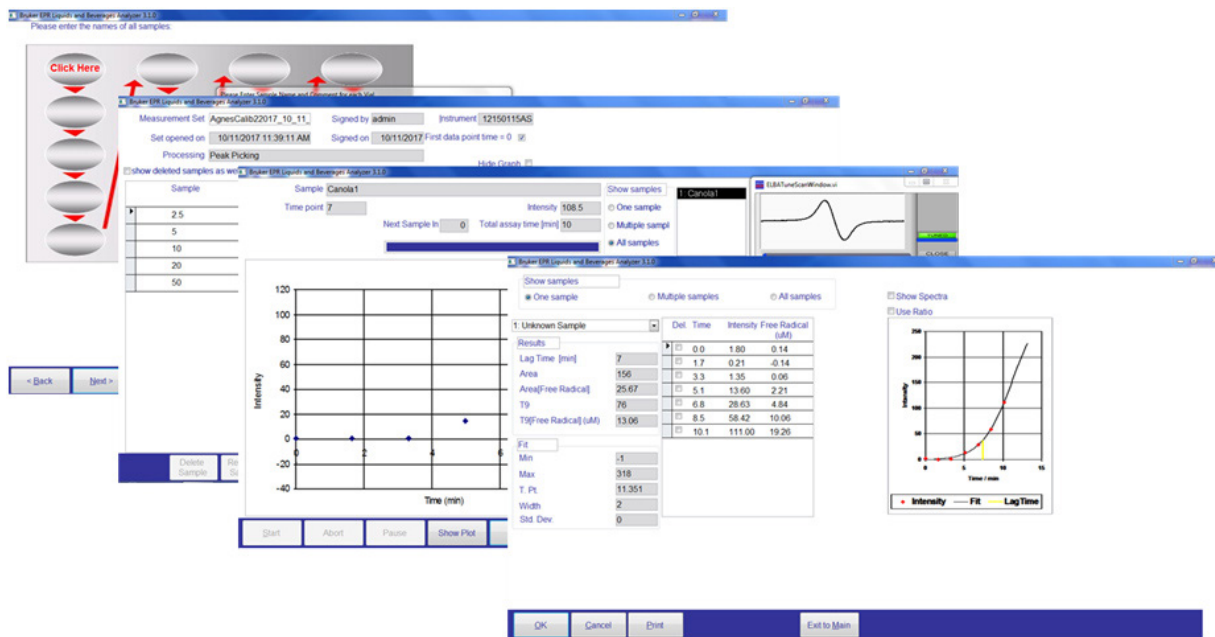
图 5



杂质对食用油氧化稳定性的影响。

工作流程

- 制定自由基浓度测定的校准标准（详见 SOP）。
- 使用具有直观工作流程的用户友好软件界面来操作 microESR 和执行试验。参阅 SOP 和用户手册以了解详情。
- 用已知的自由基浓度运行校准标准。使用该校准曲线来确定您的处理样品中的自由基浓度。
- 向样品中添加自旋捕捉剂（详见 SOP）。
- 选择要执行的氧化测量类型（氧化曲线或终点测量）。
- 按照软件试验设置的步骤操作。
- 获取并显示 ESR 和自由基浓度数据，将其记录在数据库文件中，方便将来查看和对比。



食用油氧化稳定性测试工作流程示例。

● **布鲁克 BioSpin**

info@bruker.com
www.bruker.com

布鲁克（北京）科技有限公司
北京市海淀区西小口路66号中关村
东升科技B-6号楼C座8层
邮编：100192
电话：（010）58333000
传真：（010）58333299

上海办公室
上海市闵行区合川路2570号1号楼9楼
邮编：200233
电话：（021）51720800
传真：（021）51720810

广州办公室
广州市海珠区新港东路618号南丰汇
6楼A12单元
电话：（020）22365885/
（020）22365886



布鲁克BioSpin微信公众号