

# INVESTIGACION

## Determinación del período de inducción de aceite de soja - Correlación entre el Rancimat y otros índices

Por A.M.O. Rauen-Miguel\*, W. Esteves\*\* y D. Barrera-Arellano\*\*

\* Instituto de Tecnología de Alimentos (ITAL). Avda. de Brasil, 2880. Campinas, S.P., Brasil, 13073.

\*\* Laboratorio de Aceites y Grasas. Facultad de Ingeniería de Alimentos. Universidad Estadual de Campinas. C.P. 6091, Campinas, S.P., Brasil, 13083.

### RESUMEN

#### Determinación del período de inducción de aceite de soja - Correlación entre el Rancimat y otros índices

El objetivo de este estudio fue determinar la evolución de los índices de peróxido, anisidina, totox, refracción, yodo y acidez durante la obtención del período de inducción por el método Rancimat, para aceite de soja. Varias temperaturas fueron utilizadas (110°, 120°, 130° y 140°C) en el Rancimat y las curvas de la oxidación obtenidas en este aparato y las elaboradas mediante la variación de los índices anteriormente citados con respecto al tiempo, fueron comparadas punto a punto, siendo que los coeficientes de correlación ( $r$ ) obtenidos se mostraron altos ( $0,849 < r < 0,997$ ). Fue observado que los valores de período de inducción generalmente son mayores en el Rancimat cuando son comparados con los determinados por otros índices.

**PALABRAS-CLAVE:** Aceite de soja - Curva de oxidación (comparación) - Índice físico-químico - Método Rancimat - Período de inducción.

### SUMMARY

#### Determination of the induction period of soybean oil - Correlation between the Rancimat and various analytical tests

The objective of this research work was to follow the evolution of peroxide, anisidine, totox, iodine and acid values and refractive index during the oxidation of soybean oil using the Rancimat method. Various temperatures were used in this case (110°, 120°, 130° and 140°C) and the oxidation curves obtained through the Rancimat were compared with those obtained by the variation of the traditional values above mentioned, against the time. It was observed that the correlation coefficients were high for all methods ( $0,849 < r < 0,997$ ) but the induction periods obtained with the Rancimat were generally higher than those obtained with the other analytical tests.

**KEY-WORDS:** Induction period - Oxidation curve (comparison) - Physico-chemical index - Rancimat method - Soybean oil.

## 1. INTRODUCCION

La estabilidad oxidativa de aceites y grasas puede ser estimada utilizando pruebas aceleradas, donde el suministro de oxígeno y las elevadas temperaturas empleadas, permiten una alteración más rápida. La mayor parte de los métodos empleados para esto muestran el mismo fenómeno, o sea, que la velocidad de reacción es baja por un período inicial de tiempo tornándose posteriormente elevada. Ese período inicial de tiempo es conocido

como período de inducción, que puede ser definido como el tiempo necesario para que los cambios organolépticos comiencen a ser detectados (Swern, 1964). El período de inducción (PI) es un parámetro muy importante visto que su extensión es una medida de la estabilidad oxidativa de aceites y grasas, reflejando su capacidad en resistir a la oxidación (Sleeter, 1985).

Esta resistencia a los procesos oxidativos esta relacionada con la vida de anaquel de los productos, dependiendo de las características propias de los mismos (insaturación, contenido de antioxidantes naturales, de trazas de metales, estado inicial de oxidación, etc.) y variando de acuerdo con las condiciones en que se haya realizado su almacenamiento (luz, temperatura, oxígeno, recipientes, etc.) (Gutiérrez Rosales, 1989).

El valor del período de inducción puede ser determinado por medio de las curvas obtenidas utilizando métodos físicos y químicos tradicionales que acompañan el progreso de la reacción (Schuler, 1980; Warner y Frankel, 1985).

Sin embargo, debido a ciertas ventajas operativas, el método que usa el aparato Rancimat (Frank et al., 1982) se torna más popular cada día. En este aparato se consigue determinar rápidamente la estabilidad oxidativa de muestras de aceites o grasas y por consiguiente su período de inducción, mediante la oxidación acelerada de la muestra y el registro constante de los cambios en la conductividad eléctrica del agua, que recoge los compuestos volátiles formados durante la reacción (deMan et al., 1987). Debido a su automatismo, que hace mínima la necesidad de atención durante el curso del experimento, el método Rancimat permite obtener respuestas más precisas que con los métodos tradicionales.

El presente trabajo tiene por objetivo determinar la evolución de los índices de peróxido, anisidina, totox, refracción, yodo y acidez durante la oxidación del aceite de soja en el aparato Rancimat y estimar las correlaciones existentes entre los períodos de inducción calculados por los diferentes métodos.

## 2. PARTE EXPERIMENTAL

### 2.1. Muestras

Fue utilizado aceite de soja recientemente refinado y desodorizado (muestra no comercial cedida por las Industrias SANBRA, São Paulo, Brasil) con índice de peróxido de 0,3 meq/kg. (AOCS, 1983).

### 2.2. Equipo

El aparato Rancimat<sup>R</sup> 617 (Läubli y Bruttel, 1986) fue utilizado para acelerar la oxidación del aceite de soja y para determinar su período de inducción en diferentes temperaturas.

### 2.3. Determinación de los períodos de inducción

Las condiciones utilizadas en el Rancimat fueron las siguientes:

Cantidad de muestra - 5,0 g.

Flujo de aire - 10L/h.

Temperaturas - 110, 120, 130 y 140°C.

El tiempo total de análisis en el aparato, en cada temperatura, fue previamente determinado y dividido en 6 partes (diferentes puntos de la curva de oxidación). En las muestras obtenidas en cada punto, fueron determinados los siguientes índices analíticos:

IP - Índice de peróxido: AOCS Cd 8-53.

IA - Índice de anisidina: DGF CIV 6e.

TOTOX = 2 IP + IA.

IR - Índice de Refracción: AOCS Cc 7-25.

IY - Índice de yodo: AOCS Cd 1-25.

IAC - Índice de acidez: AOCS Ca 5a-40.

El período de inducción para cada índice y para cada temperatura fue determinado como el punto de intersección entre las tangentes horizontales y verticales trazadas en las curvas de oxidación (Van Oosten et al., 1981). Para las curvas de índice de yodo fueron utilizadas las mismas tangentes, mas en direcciones opuestas. Los coeficientes de correlación ( $r$ ) (Gomes, 1973) fueron calculados punto a punto entre las curvas de los diversos índices y las curvas del Rancimat.

## 3. RESULTADOS Y DISCUSION

Las Figuras 1 a 7 muestran las curvas construidas por la variación de cada índice durante la oxidación acelerada del aceite de soja en el Rancimat, así como las tangentes utilizadas para determinar los períodos de inducción. Puede observarse que con excepción del índice de yodo que disminuyó con el transcurso de la reacción, por causa de la oxidación de dobles enlaces conjugados (Kharta, 1960), todos los demás índices presentaron un aumento significativo siguiendo normalmente los procesos oxidativos (Gunstone, 1984). Los tiempos de análisis son menores cuando la temperatura aumenta ya que la velocidad de la reacción es una función de la temperatura (Sherwin, 1978).

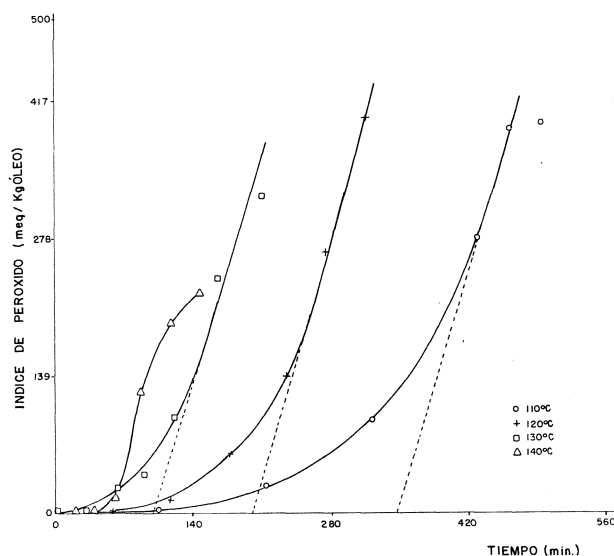


Figura 1. Variación del índice de peróxido en aceite de soja sometido a oxidación en el Rancimat y los correspondientes períodos de inducción.

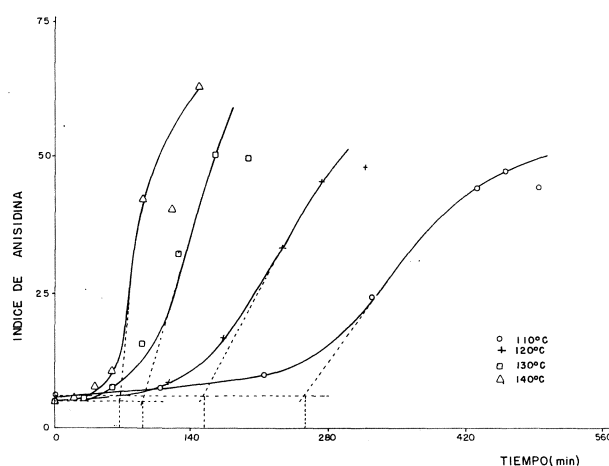


Figura 2. Variación del índice de anisidina en aceite de soja sometido a oxidación en el Rancimat y los correspondientes períodos de inducción.

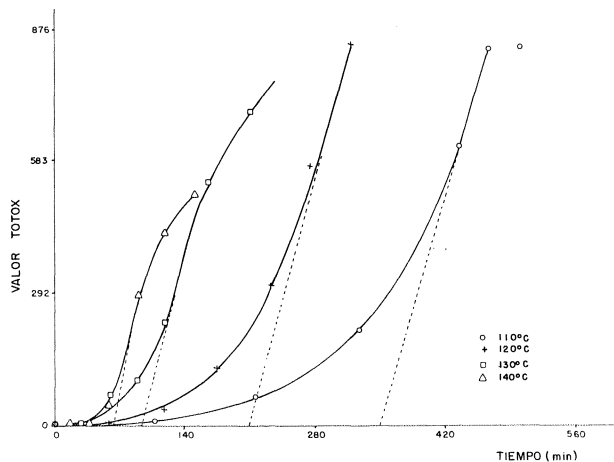


Figura 3. Variación del valor Totox en aceite de soja sometido a oxidación en el Rancimat y los correspondientes períodos de inducción.

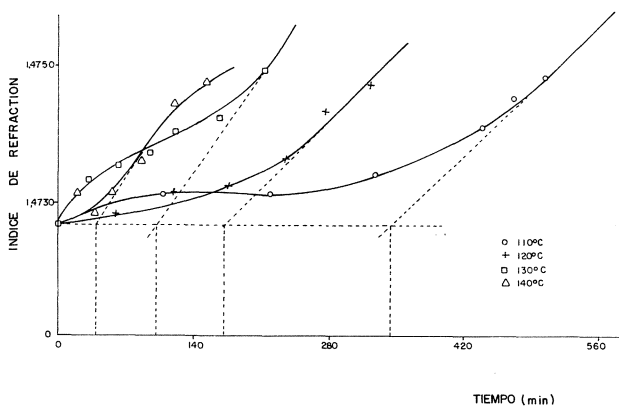


Figura 4. Variación del índice de refracción en aceite de soja sometido a oxidación en el Rancimat y los correspondientes períodos de inducción.

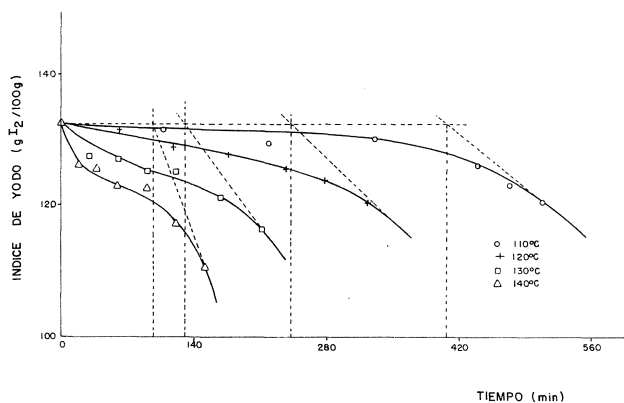


Figura 5. Variación del índice de yodo en aceite de soja sometido a oxidación en el Rancimat y los correspondientes períodos de inducción.

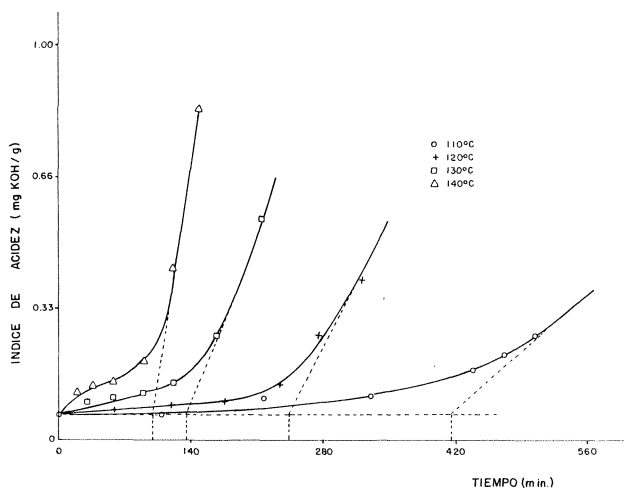


Figura 6. Variación del índice de acidez en aceite de soja sometido a oxidación en el Rancimat y los correspondientes períodos de inducción.

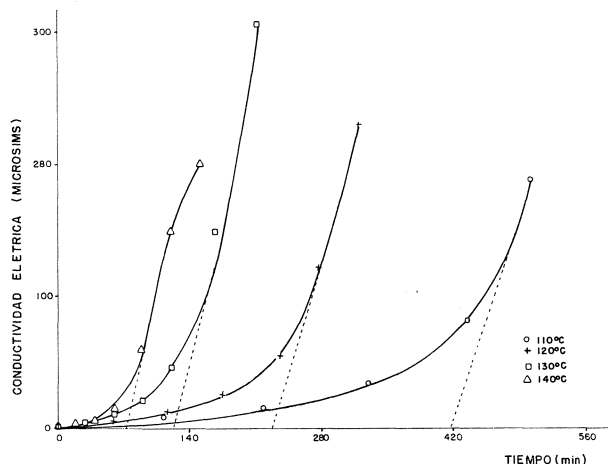


Figura 7. Curvas obtenidas en el Rancimat con aceite de soja a diferentes temperaturas y los correspondientes períodos de inducción.

Los coeficientes de correlación ( $r$ ) obtenidos entre el método Rancimat y los diferentes índices fueron altos en todos los casos, como puede observarse en la Tabla I. El intervalo se situó entre 0,849 y 0,997, correspondiendo los menores valores a la correlación entre el Rancimat e índice de anisidina para todas las temperaturas del experimento. Los altos valores de ( $r$ ) significan que existe una buena concordancia entre las diferentes formas de obtenerse los períodos de inducción o la estabilidad oxidativa del aceite de soja. Para mostrar más claramente la relación entre todos los métodos se puede calcular el promedio de los valores de correlación (Tabla I) obteniéndose el siguiente orden decreciente de correlación con el Rancimat:

$$IAc > Totox = IR > IY > IP > IA$$

Tabla I  
Coeficientes de correlación entre períodos de inducción obtenidos con el Rancimat y con otros métodos para el aceite de soja.

Ranc.	IP	IA	Totox	IR	IY	IAc
110°C	0,895***	0,878***	0,945	0,960	-0,985	0,983
120°C	0,989	0,900***	0,986	0,965	-0,901***	0,997
130°C	0,971	0,849**	0,961	0,955	-0,984	0,990
140°C	0,953	0,932***	0,971	0,985	-0,975	0,953

\*\* = Significativo a 2%.

\*\*\* = Significativo a 5%

Ranc. = Rancimat; IP = Índice de Peróxido; IA = Índice de Anisidina; Totox = Valor Totox; IR = Índice de Refracción; IY = Índice de Yodo; IAc = Índice de Acidez.

Los valores para el período de inducción obtenidos con todos los métodos son mostrados en la Tabla II. Se observó que los valores de PI del Rancimat fueron mayores que los obtenidos de las curvas de peróxido, anisidi-

na, totox y refracción y menores que los obtenidos de las curvas de índice de yodo y acidez, aunque las diferencias encontradas sean pequeñas. Sin embargo, puede ser considerado que los resultados con el Rancimat son de mayor confianza visto que para cada muestra las lecturas de conductividad son realizadas cada dos minutos, lo que genera una curva más homogénea facilitando una determinación más correcta del PI.

Tabla II  
Períodos de inducción (h) para aceite de soja cuando sometido a oxidación acelerada en el Rancimat, determinados por diferentes métodos.

	Ranc.	IP	IA	Totox	IR	IY	IAC
110°C	6,90	5,83	4,25	5,88	5,74	6,78	6,91
120°C	3,78	3,27	2,55	3,50	2,83	4,07	4,13
130°C	2,02	1,58	1,54	1,48	1,74	2,20	2,22
140°C	1,23	1,01	1,15	1,10	0,67	2,35	1,65

Ranc. = Rancimat; IP = Índice de Peróxido; IA = Índice de Anisidina; Totox = Valor Totox; IR = Índice de Refracción; IY = Índice de Yodo; IAC = Índice de Acidez.

#### 4. CONCLUSIONES

1.- Para el aceite de soja estudiado existe una alta correlación entre los métodos utilizados para obtenerse el PI, siendo todos válidos para la determinación de su estabilidad oxidativa.

2.- Si todos los métodos citados pueden ser utilizados, la preferencia por el Rancimat debe basarse no solamente en su automatismo que resulta en apreciable ahorro de tiempo y trabajo durante el experimento, como también en la mayor confianza de sus resultados, para la determinación del período de inducción.

3.- Por otro lado, en la ausencia del aparato Rancimat, las muestras pueden almacenarse en condiciones que permitan acelerar la reacción de oxidación (condicio-

nes del método "Shaal" o "Oven Test" por ejemplo) y determinar su estabilidad o período de inducción, representando gráficamente la variación de algunos índices físicos o químicos contra el tiempo.

#### BIBLIOGRAFIA

1. AOCS. (1983).- "Official and Tentative Methods of the American Oil Chemists Society".-3rd Ed.- AOCS, Champaign (Illinois).
2. deMan, J.M.; Tie, F. y deMan, L. (1987).-"Formation of Short Chain Volatile Organic Acids in the Automated AOM Method".- J. Am. Oil Chemists' Soc. **64**, 993-996.
3. DGF. (1986).- "Deutsche Einheitsmethoden".- C4 6e, Stuttgart.
4. Frank, J.; Geil, J.V. y Freaso, R. (1982).- "Automatic Determination of Oxidation Stability of Oil and Fatty Products".- J. Am. Oil Chemists' Soc. **36**, 71-76.
5. Gomes, F.P. (1973).- "Curso de Estatística Experimental".- 5th Ed.- Nobel (Ed.).- Piracicaba (São Paulo).
6. Gunstone, F.D. (1984).-"Reaction of Oxygen and Unsaturated Fatty Acids".- J. Am. Oil Chemists' Soc. **61**, 441-447.
7. Kharta, A.R.S. (1960).-"The Iodine Value Decreasing Reaction in Fat Autoxidation".- J. Scient. Ind. Res. **19B**, 199-205.
8. Läubli, M.W. y Bruttel, P.A. (1986).- "Determination of the Oxidative Stability of Fats and Oils: Comparison between the Active Oxygen Method (AOCS Cd 12-57) and the Rancimat Method".- J. Am. Oil Chemists' Soc. **63**, 792-795.
9. Gutiérrez Rosales, F. (1989).- "Determinación de la Estabilidad Oxidativa de Aceites de Oliva Vírgenes: Comparación entre el Método del Oxígeno Activo (AOM) y el Método Rancimat".- Grasas y Aceites **40**, 1-5.
10. Rossell, J.B. (1983).-"Measurement of Rancidity" en "Rancidity in Foods". p. 21.- Elsevier Appl. Science, London & N.Y.
11. Schuler, P. (1980).- "Autoxidation of Fats and Its Prevention with Antioxidants" en "La Roche Brochure". p. 6.
12. Sherwin, E.R. (1978).- "Oxidation and Antioxidants in Fat and Oil Processing".- J. Am. Oil Chemists' Soc. **55**, 809-814.
13. Sleeter, R.T. (1985).- "Instrumental Analysis for Quality Control and Quality Assurance" en "Baileys Industrial Oil and Fat Products". Vol. 3, p. 167.- T.H. Applewhite (Ed.).- J. Wiley & Sons Inc., New York.
14. Swern, D. (1964).- "Reaction of Fats and Fatty Acids" en "Baileys Industrial Oil and Fat Products". Vol. 1, p. 55.- T.H. Applewhite (Ed.).- J. Wiley & Sons Inc., New York.
15. Van Oosten, C.W.; Poot, C. y Hensen A.C. (1981).- "The Precision of the Swift Stability Test".- Fette Seifen Anst. **83**, 133-135.
16. Warner, K. y Frankel, E.N. (1985).- "Flavor Stability of Soybean oil Based on Induction Periods for the Formation of Volatile Compounds by Gas Chromatography".- J. Am. Oil Chemists' Soc. **62**, 100-103.

(Recibido: Abril 1991)