

Экстракция жира из шоколада системой Ускоренной Экстракции Растворителями (ASE®)

ВВЕДЕНИЕ

Метод Ускоренной Экстракции Растворителями (ASE) - новый способ ускорить гравиметрическое определение жира в шоколадных продуктах и существенно уменьшить количество используемого растворителя. Принципы работы системы ASE основаны на комбинации повышенной температуры и давления, чтобы увеличить скорость экстракции, вследствие этого уменьшить время экстракции и количество используемого растворителя.

Традиционные методы для определения содержания жира в шоколаде трудоемки и требуют больших затрат растворителя и времени. Например, метод экстрагирования эфиром по Можонье занимает 2-3 часа и требует более 110 мл растворителя, при этом лаборант-химик вынужден участвовать в процессе экстрагирования. Использование метода ASE уменьшает время экстрагирования до 18 минут, при этом расходуется 20 мл. растворителя. Метод ASE демонстрирует сопоставимые, если не лучшие результаты, чем традиционные методы для выделения жира. Кроме того, процесс экстракции по методу ASE полностью автоматизирован, позволяя экстрагировать до 24 образцов автоматически.

В предлагаемой методике (Application Note) описывается процедура экстракции жира из образцов сливочного шоколада, молочного шоколада, и порошка какао, используя экстрактор ASE 200. Полученные на этом экстракторе результаты сравнивали с результатами экстракции этих же образцов по методу Можонье (Метод AOAC 922.06).

ОБОРУДОВАНИЕ

Экстрактор Dionex ASE 200 с 11-мл. стальными экстракционными ячейками (P/N 048765)

Целлюлозные фильтры Dionex (P/N 049458)

Сборные виалы Dionex, 40 мл. (P/N 048783)

Аналитические весы (с точностью 0.0001 г.)

Ступка с пестиком (Fisher Scientific или эквивалентная)

Испаритель растворителей N-EVAP® (Organomation Associates или эквивалентный) ¹

Сушильный шкаф

РЕАГЕНТ

Осушитель Hydromatrix™ (Varian Associates)

РАСТВОРИТЕЛЬ

Петролейный эфир (pesticide grade или эквивалентный; Fisher Scientific)

УСЛОВИЯ ЭКСТРАКЦИИ

Растворитель: Петролейный эфир 100%

Температура: 125°C

Давление: 1500 psi

Время нагрева ячейки: 6 мин.

Время статической экстракции: 3 мин.

Объем промывки: 60%

Время продувки: 60 сек.

Циклы: 3

Общее время: 18 мин

Всего растворителя: 20 мл.

ОБРАЗЦЫ

Плитки сливочного и молочного шоколада Hershey's®, порошок какао.

Образцы приобретены в местном продуктовом магазине.

ПРОБОПОДГОТОВКА

Плитка сливочного шоколада.

Тщательно перетереть образец сливочного шоколада на терке. Отвесить 1 г тертого шоколада и размолоть с 2 г Hydromatrix, используя ступку с пестиком. Вставить целлюлозный фильтр в экстракционную ячейку на 11 мл и перенести смесь образец/Hydromatrix в ячейку.

Плитка молочного шоколада.

Тщательно перетереть образец молочного шоколада на терке. Отвесить 1 г тертого шоколада и размолоть с 2 г Hydromatrix, используя ступку с пестиком. Вставить целлюлозный фильтр в экстракционную ячейку на 11 мл и перенести смесь образец/Hydromatrix в ячейку.

Какао порошок.

Вставить целлюлозный фильтр в экстракционную ячейку на 11 мл. Отвесить 1 г Hydromatrix в экстракционную ячейку и тарировать весы. Отвесить 1 г какао порошка поверх Hydromatrix. Тщательно перемешать смесь какао и Hydromatrix в экстракционной ячейке лопаточкой. (Смешивание порошка какао в ступке с пестиком повлечет небольшую потерю образца.)

ПРОЦЕДУРА ЭКСТРАКЦИИ

Взвесить и промаркировать соответствующее число сборных виал и поместить их в карусель для виал ASE 200. Поместить ячейки с образцами в карусель для ячеек ASE. Настроить метод, описанный в разделе «Условия Экстрагирования» и начать экстракцию. Когда процедура экстрагирования закончится, удалить сборные виалы и испарить растворитель под потоком азота, используя Испаритель N-EVAP или эквивалентный¹. Высушить каждый образец в сушильном шкафу при 102⁰С в течение 30 мин. Дать виалам остыть до комнатной температуры и повторно взвесить.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

В Табл. 1 и 2 отражены результаты экстрагирования жира методом ASE и Можонье из сливочного и молочного шоколада соответственно. Методы дают эквивалентное открытие в обоих случаях. Однако при экстрагировании по Можонье потратили приблизительно 2.5 часа и 140 мл растворителя, а для метода ASE понадобилось приблизительно 18 минут и 20 мл растворителя.

Табл. 1. Степень извлечения жира из Сливочного шоколада, % Сравнение методов ASE и Можонье (n=3)

	ASE	Можонье
Среднее	52.80	51.69
Стандартное отклонение	0.35	0.26
ОСО	0.67	0.50

* % Жира = (остаток/образец, вес г.) x 100

Табл. 2. Степень извлечения жира из Молочного шоколада, % Сравнение методов ASE и Можонье (n=3)

	ASE	Можонье
Среднее	31.80	32.34
Стандартное отклонение	0.32	0.33
ОСО	1.02	1.02

* % Жира = (остаток/образец, вес г.) x 100

Как видно из Табл. 3, сравнение результатов экстрагирования жира по методам ASE и Можонье из порошка какао снова показало эквивалентные результаты. На экстракцию по Можонье было потрачено приблизительно 3.5 часа и 140 мл растворителя. При экстрагировании из какао порошка требуется проводить центрифугирование после каждой добавки порции растворителя, чтобы достичь полного разделения фаз. На экстракцию на ASE 200 было потрачено 18 минут и 20 мл растворителя.

**Табл. 3. Степень извлечения жира*
из Какао порошка, %
Сравнение методов ASE и Можонье
(n=3)**

	ASE	Можонье
Среднее	11.82	11.52
Стандартное отклонение	0.12	0.15
ОСО	1.01	1.33

* % Жира = (остаток/образец, вес г.) x 100

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Метод ASE - очень эффективный способ извлечения жира из шоколада, который дает сопоставимые результаты с традиционным методом экстрагирования по Можонье. Кроме того, метод ASE сберегает большую часть времени и растворителя, которые обычно требуются для экстракции по методу Можонье, используя только 20 мл растворителя и всего 18 минут на всю процедуру экстракции.

ПОСТАВЩИКИ

Fisher Scientific, 711 Forbes Ave.,
Pittsburgh, PA 15219, USA. Tel: 412-562-8300

Organomation Associates, Inc., 266
River Road West, Berlin, MA 01503, USA.
Tel: 888-838-7300

Varian Sample Preparation Products,
24201 Frampton Ave., Harbor City, CA 90710,
USA. Tel: 800-421-2825

Extraction of Fat from Chocolate Using Accelerated Solvent Extraction (ASE[®])

INTRODUCTION

Accelerated Solvent Extraction (ASE) is a new way to speed up gravimetric fat determination of chocolate products and greatly reduce the amount of solvent used. The ASE system uses a combination of elevated temperature and pressure to increase the extraction kinetics, thus decreasing time and solvent consumption. Current methods for determining the fat content in chocolate are labor-intensive and require large amounts of solvent and time. For example, the Mojonnier ether extraction method takes 2–3 h and over 110 mL of solvent and requires the laboratory technician to be present for most of the extraction. Using ASE, extraction time is reduced to 18 min and solvent use to 20 mL. ASE has been shown to produce comparable if not better results than the current methods. Furthermore, the ASE process is fully automated, making it possible to extract up to 24 samples unattended.

In this application note, fat is extracted from baking chocolate, milk chocolate, and cocoa powder using the ASE 200 Accelerated Solvent Extractor. The results are compared to those of the Mojonnier method (AOAC Method 922.06).

EQUIPMENT

ASE 200 Accelerated Solvent Extractor with 11-mL stainless steel extraction cells (P/N 048765)
Cellulose Filters (P/N 049458)
Collection Vials, 40 mL (P/N 048783)
Analytical balance (to read to the nearest 0.0001 g or better)
Mortar and pestle (Fisher Scientific or equivalent)
N-EVAP[®] solvent evaporator (Organomation Associates or equivalent)
Forced air oven

REAGENT

ASE Prep DE (diatomaceous earth) (P/N 062819)

SOLVENT

Petroleum ether (pesticide grade or equivalent; Fisher Scientific)

EXTRACTION CONDITIONS

Solvent:	Petroleum ether 100%
Temperature:	125 °C
Pressure:	1500 psi
Cell Heatup Time:	6 min
Static Time:	3 min
Flush Volume:	60%
Purge Time:	60 s
Cycles:	3
Total Time:	18 min
Total Solvent:	20 mL

SAMPLES

Hershey's® baking chocolate bars, milk chocolate bars, and cocoa powder were purchased from a local food store.

SAMPLE PREP

Baking Chocolate Bar

Finely grate the baking chocolate sample. Weigh out 1 g of the grated chocolate and grind with 2 g of ASE Prep DE using a mortar and pestle. Insert a cellulose filter into an 11-mL extraction cell and transfer the sample/ASE Prep DE mixture to the cell.

Milk Chocolate Bar

Finely grate the milk chocolate sample. Weigh out 1 g of the grated chocolate and grind with 2 g of ASE Prep DE using a mortar and pestle. Insert a cellulose filter into an 11-mL extraction cell and transfer the sample/ASE Prep DE mixture to the cell.

Cocoa Powder

Insert a cellulose filter into an 11-mL extraction cell. Weigh out 1 g of ASE Prep DE into the cell and tare. Weigh out 1 g of cocoa powder onto the ASE Prep DE bed. Carefully mix the cocoa powder and the ASE Prep DE together in the extraction cell using a spatula. (Mixing the cocoa powder with a mortar and pestle causes a slight loss of sample.)

EXTRACTION PROCEDURE

Weigh and label the appropriate number of collection vials and place in the ASE 200 vial carousel. Place the loaded cells in the ASE cell carousel. Set up the method described in the "Extraction Conditions" section and begin the extraction. When the extractions are complete, remove the collection vials and evaporate the solvent under a nitrogen stream using an N-EVAP or equivalent. Dry each sample in an oven at 102 °C for 30 min. Let these vials cool to room temperature and reweigh.

RESULTS AND DISCUSSION

Tables 1 and 2 show the results of ASE and Mojonnier extractions of fat from baking chocolate and milk chocolate, respectively. The methods show equivalent recoveries in both cases. However, the Mojonnier extractions took approximately 2.5 h and 140 mL of solvent versus approximately 18 min and 20 mL of solvent for ASE.

**Table 1. Baking Chocolate % Fat* Recovery
ASE vs Mojonnier Method (n = 3)**

	ASE	Mojonnier
Average	52.80	51.69
SD	0.35	0.26
RSD	0.67	0.50

*%fat = (residue/sample wt.) × 100

**Table 2. Milk Chocolate % Fat* Recovery
ASE vs Mojonnier Method (n = 3)**

	ASE	Mojonnier
Average	31.80	32.34
SD	0.32	0.33
RSD	1.02	1.02

*%fat = (residue/sample wt.) × 100

Table 3 compares results from ASE and Mojonnier extractions of fat from cocoa powder; again, the recoveries are equivalent. The Mojonnier extraction took approximately 3.5 h and 140 mL of solvents. The cocoa powder required a centrifugation step after each addition of the solvent to achieve a clear separation of the phases. The ASE 200 method took 18 min and 20 mL of solvent.

CONCLUSION

ASE effectively extracts fat from chocolate, producing results comparable to the traditional extraction method. Furthermore, ASE eliminates much of the time and solvent required by the Mojonnier method, using 20 mL of solvent and requiring only 18 min.

SUPPLIERS

Fisher Scientific, 2000 Park Lane, Pittsburgh, PA 15275-1126 USA, Tel: 800-766-7000, www.fishersci.com.
Organomation Associates, Inc., 266 River Road West, Berlin, MA 01503 USA, Tel: 888-838-7300, www.organomation.com.

**Table 3. Cocoa Powder % Fat* Recovery
ASE vs Mojonnier Method (n = 3)**

	ASE	Mojonnier
Average	11.82	11.52
SD	0.12	0.15
RSD	1.01	1.33

*%fat = (residue/sample wt.) × 100



ASE is a registered trademark of Dionex Corporation.
N-EVAP is a registered trademark of Organomation Associates.
Hershey's is a registered trademark of Hershey Foods Corp.

Dionex Corporation
1228 Titan Way
P.O. Box 3603
Sunnyvale, CA
94088-3603
(408) 737-0700

Dionex Corporation
Salt Lake City Technical Center
1515 West 2200 South, Suite A
Salt Lake City, UT
84119-1484
(801) 972-9292

Dionex U.S. Regional Offices
Sunnyvale, CA (408) 737-8522
Westmont, IL (630) 789-3660
Houston, TX (281) 847-5652
Atlanta, GA (770) 432-8100
Marlton, NJ (856) 596-06009

Dionex International Subsidiaries
Australia 61 (2) 9420 5233 Austria (01) 616 51 25 Belgium (03) 353 42 94 Canada (905) 844-9650 China (852) 2428 3282
France 01 39 30 01 10 Germany 06126-991-0 Italy (06) 66 51 50 52 Japan (06) 6885-1213 Korea 82 2 2653 2580
The Netherlands (0161) 43 43 03 Switzerland (062) 205 99 66 United Kingdom (01276) 691722
* Designed, developed, and manufactured under an NSAI registered ISO 9001 Quality System.

