



Оливковое масло холодного отжима – подлинник или подделка?

Выявление фальсификата с помощью метода ИК-Фурье спектроскопии

Потребности людей и их стремление к рациональному и здоровому пита-

нию ведут к увеличению спроса на растительные масла, богатые ненасыщенными жирными кис-

лотами. Это привело к увеличению импорта дорогих масел в страны Центральной и Северной

Европы. Оливковое масло холодного отжима (EVOO) является одним из любимых продуктов

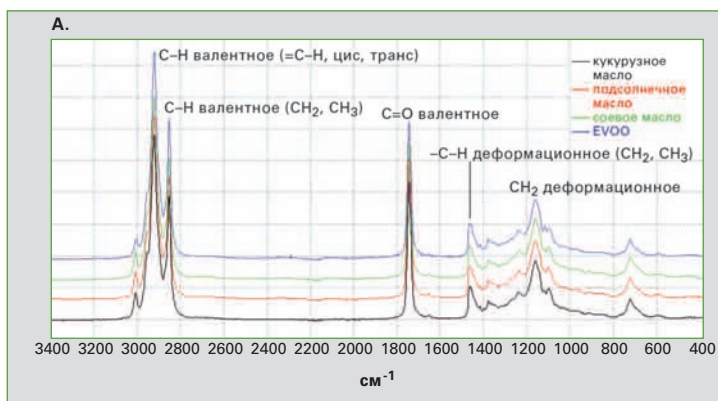


Рисунок 1: ИК-спектры кукурузного, соевого и подсолнечного масел, а также масла EVOO в диапазоне 400 - 3400 см⁻¹

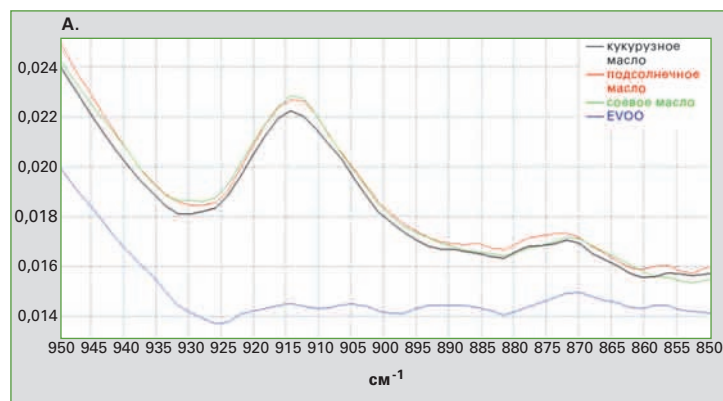
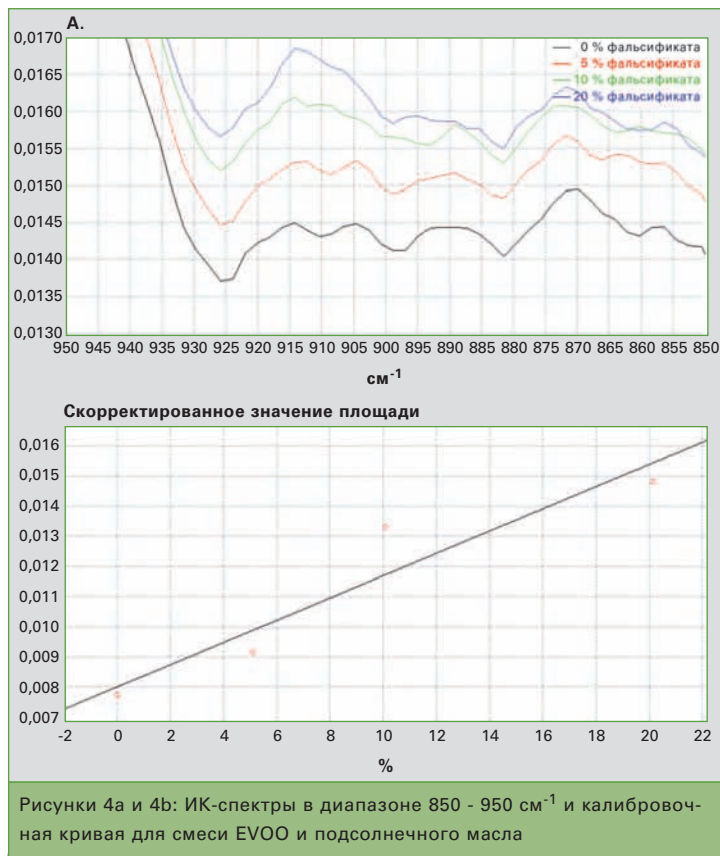
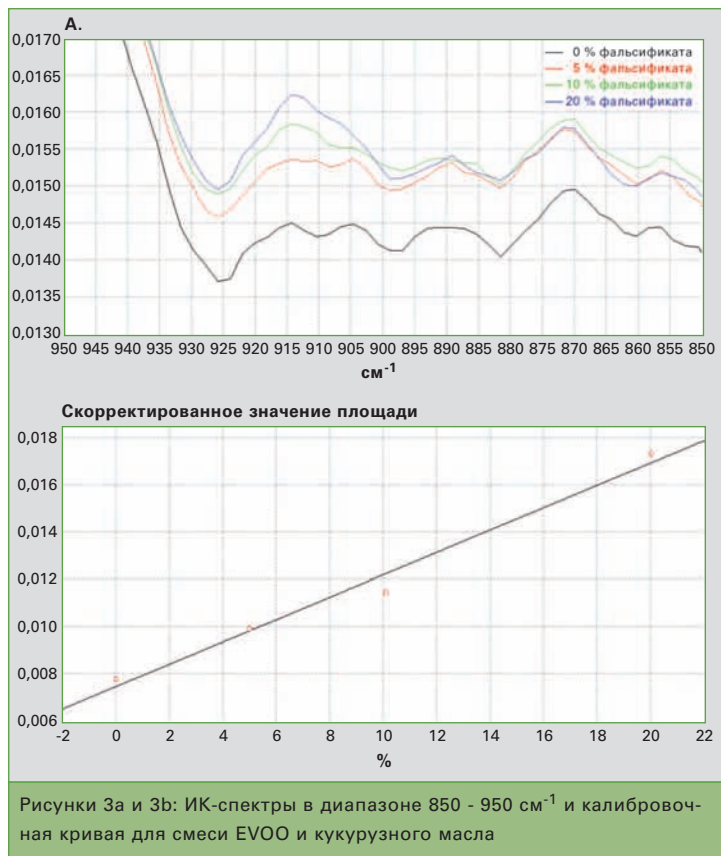


Рисунок 2: ИК-спектры кукурузного, соевого и подсолнечного масел, а также масла EVOO в диапазоне 850 - 950 см⁻¹



европейцев. Вследствие высоких цен на оливковое масло холодного отжима некоторые производители и торгующие компании сосредоточились на его частичном или полном замещении более дешёвыми продуктами (подсолнечное или соевое масло).

Однако установление подлинности оливкового масла холодного отжима продолжает представлять большой интерес как для учёных, так и для потребителей, а выявление его фальсификатов является актуальной задачей для регулирующих органов. Многие из официальных методов, используемых для обнаружения фальсификата масла марки EVOO, являются трудоёмкими, времязатратными и требуют применения дополнительных методов анализа. В настоящем исследовании для быстрого установления подлинности продукта применяли метод ИК-Фурье спектроскопии, не требующий пробоподготовки.

Методы и объекты анализа

Исследование смесей масла EVOO с кукурузным, соевым и подсолнечным маслами в различных

соотношениях проводились на ИК-Фурье спектрометре производства Shimadzu IRAffinity-1S, оснащённом приставкой однократного НПВО с алмазной призмой. Затем полученные данные обрабатывались путём выполнения коррекции НПВО с использованием полосы поглощения при

Фальсификат	Уравнение	r ²
Кукурузное масло	Площадь = 4.741 × 10 ⁻⁴ * (% Фальсификат [w/w]) + 7.435 × 10 ⁻³	0,98
Подсолнечное масло	Площадь = 4.576 × 10 ⁻⁴ * (% Фальсификат [w/w]) + 7.857 × 10 ⁻³	0,97
Соевое масло	Площадь = 3.694 × 10 ⁻⁴ * (% Фальсификат [w/w]) + 8.002 × 10 ⁻³	0,90

Таблица 1: Результаты линейной регрессии для смесей масла EVOO с кукурузным, подсолнечным и соевым маслами

1000 см⁻¹ в качестве эталонной. Происхождение проб масла было хорошо известно, а их подлинность была проверена соответствующими хроматографическими методами.

Результаты и обсуждение

ИК-спектры оливкового, кукурузного, подсолнечного и соевого масел представлены на рисунке 1.

Все они характеризуются хорошо идентифицируемыми полосами в диапазонах 900 - 1400 см⁻¹, 1700 - 1800 см⁻¹ и 2800 - 3100 см⁻¹. Спек-

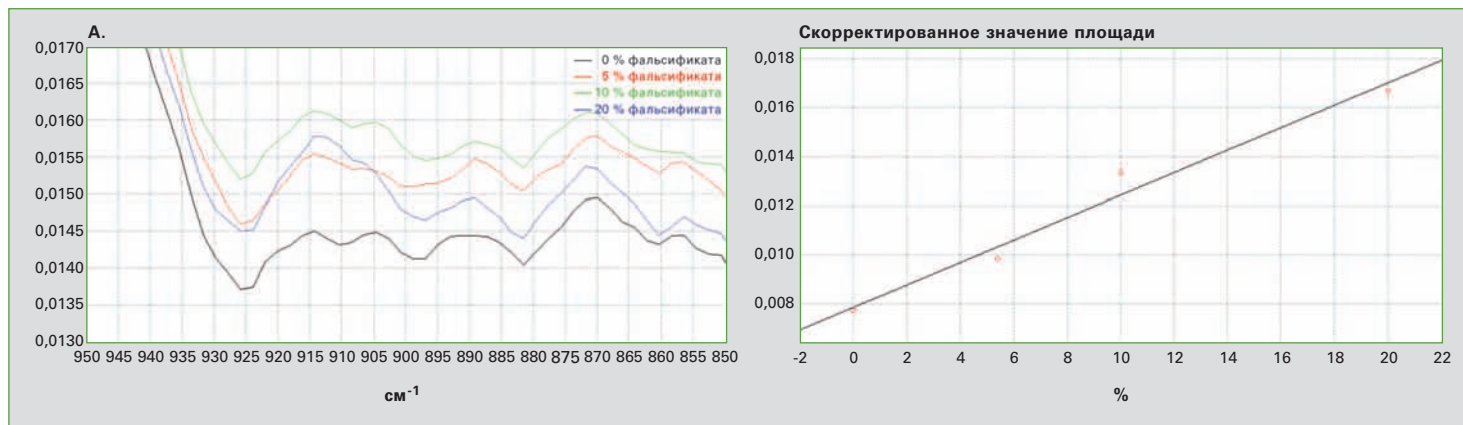
тральный состав пищевых масел в основном определяется присутствием липидных молекул, содержащих жирные кислоты. Сходство спектров отражает аналогию и в химическом составе этих масел. Тем не менее, незначительные различия проявляются при более детальном анализе с точки зрения

малых сдвигов полос и небольших расхождений в относительной интенсивности.

При детальном рассмотрении ИК-спектров масел наблюдаются небольшие различия вблизи 900 см⁻¹ (рис. 2). Согласно литературным данным, полоса при 914 см⁻¹ относится к внеплоскостному деформационному колебанию = C-H группы. Появление этой полосы в спектре связано с присутствием транс-жирных кислот, которые, в свою очередь, отсутствуют в оливковом масле EVOO, но присутствуют в рафи-

нированных маслах. Таким образом, для выявления фальсификации масла марки EVOO (вследствие добавления вышеуказанных масел) необходимо произвести измерение интенсивности поглощения при 914 см⁻¹. В ИК-спектре масла EVOO рассматривается диапазон от 895 до 925 см⁻¹. При ис-

пользовании функции коррекции этой области (т.е. использование в измеренном спектре точек при 895 и 925 см⁻¹ в качестве базовых) можно исключить влияние эффектов горизонтального смещения полос и вертикального смещения базовой линии для смесей с различным соотношением масла EVOO и фальсифицирующих добавок. ♦



Рисунки 5а и 5б: ИК-спектры в диапазоне 850 - 950 см⁻¹ и калибровочная кривая для смеси EVOO и соевого масла

В таблице 1 представлены результаты, полученные при анализе смесей масла марки EVOO с кукурузным, подсолнечным и соевым маслами в различных массовых

строго определения фальсификации оливкового масла холодного отжима кукурузным, соевым и подсолнечным маслами. Предложенный метод не требует про-



соотношениях. Соответствующие спектры и калибровочные кривые для кукурузного, подсолнечного и соевого масел показаны на рисунке 3, 4 и 5. Помимо линейности результатов следует особо отметить и то, что можно построить одну калибровочную кривую для всех фальсифицирующих примесей (рис. 6). Результаты показаны в таблице 2. Значения предела детектирования и количественного обнаружения определялись на основании остаточных стандартных отклонений от уравнения линейной регрессии и составляли 3 % и 9 % (масс.), соответственно.

Заключение

ИК-спектроскопия представляет собой хороший метод для бы-

боподготовки и исключает необходимость использования органических растворителей. Полоса при 914 см⁻¹ является отличной аналитической точкой для выявления фальсификатов, поскольку характеризуется линейностью получаемых данных и результат не зависит от типа масла (кукурузное, соевое или подсолнечное), используемого для фальсификации марки EVOO.

Этот метод подходит для обнаружения до 3% фальсификата в нерафинированном оливковом масле. Для достижения более низких пределов обнаружения рекомендуется использовать приставку НПВО горизонтального типа либо классический режим пропускания. При этом увеличится время пробоподготовки и возраст-

Уравнение	r ²
Площадь = 4.326 x 10 ⁻⁴ * (% Фальсификат [w/w]) + 7.780 x 10 ⁻³	0,92

Таблица 2: Результаты линейной регрессии для смесей масла EVOO с кукурузным, подсолнечным и соевым маслами.

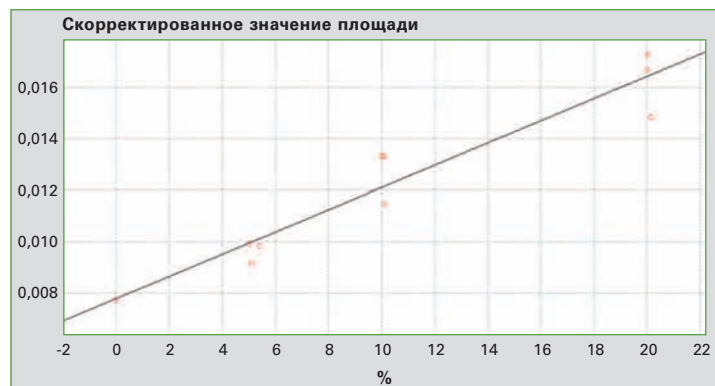


Рисунок 6: Калибровочная кривая для смесей масла EVOO с кукурузным, подсолнечным и соевым маслами

тёт необходимость использования растворителей.

В случае более сложной фальсификации наиболее подходящими являются либо официальные хроматографические методы анализа, либо комплексные методики, разработанные в контрактных экспертных лабораториях.

Авторы

Manos Barbounis, Konstantinos Tampouris, Dimitrios Georgantas, N. Asteriadis S.A.

Литература

[1] Olive oil adulteration sensing by FTIR and Raman spectroscopy, G. Giubileo, A. Puiu, S. Botti, G. Tarquini, and S. Nunziante Cesaro, ENEA, RT/2015/8/ENEA, ISSN/0393 - 3016.
 [2] Application of FT-IR spectroscopy to assess the olive oil adulteration,

M.-A. Poiana, G. Mousdis, E. Alexa, D. Moigradean, M. Negrea, and C. Mateescu, Journal of Agroalimentary Processes and Technologies, 2012, 18 (4), 277 - 282.

[3] Authentication of extra virgin olive oils by Fourier-transform infrared spectroscopy, M.J. Lerma-García, G. Ramis-Ramos, J.M. Herrero-Martínez and E.F. Simó-Alfonso, Food Chemistry, 2010, 118, 78 - 83.
 [4] The use of FT-IR spectroscopy in the identification of vegetable oils adulteration, E. Alexa, A. Dragomirescu, G. Pop, C. Jian, and D. Dragos, Journal of Food, Agriculture and Environment, 2009, 7 (2), 20 - 24.