

Authentication of Romania vegetable oils by spectroscopic and chromatographic methods

Abstract

The search for the origin and the authenticity of food products has been the object of numerous studies in the past few years using various physical-chemical determinations which provide data that are further processed by chemometric methods. In recent years the Romanian production of vegetable oils (sunflower, linseed, rapeseed and soybean) has increased significantly. Because of their chemical composition and nutritional values, vegetable seeds are considered to be a great source of lipids and proteins and are largely used in the production of edible oils and animal feed.

^1H -NMR spectroscopy is a powerful analytical tool for analysis and characterization of food products.

In this study ^1H -NMR spectroscopy coupled with *Principal Component Analysis* (PCA) as chemometrical method was used to authenticate Romanian vegetable oils (sunflower, soybean, linseed and rapeseed) and grape seeds oils, according to their variety.

^1H -NMR spectroscopy offers two possibilities in which data can be used to authenticate vegetable oils. The first way was to process by PCA the composition of vegetable oils on four classes of fatty acids (tri-unsaturated, di-unsaturated, mono-unsaturated and saturated fatty acids) obtained based on ^1H -NMR data and a system of chemometric equations. The second possibility in terms of authentication that we investigate in this work consists in transforming the ^1H -NMR spectra into series of numerical values (vectors) by integrating certain peaks or spectral windows.

This strategy investigated, showed good results in discriminating among sunflower, soybean, rapeseed and linseed oils. Using the PCA method applied to the spectral information of grape seed oils, 14th different varieties of Romanian grapes were discriminated depending on their variety.

Four different types of Romanian vegetable oils were heated in order to elucidate *trans* fatty acids accumulation during thermal processing of oils in frequent domestic activities. The refined vegetable oils selected for this study were sunflower, corn, soybean and linseed, heated at three different temperatures 180°C, 220°C and 250°C for 33 hours.

The amount of *trans* fatty acids formed during heating processes was determined using infrared spectroscopy (IR), based on *trans* specific bonds absorption at 966 cm^{-1} . Based on the measurement of the absorption band at 966 cm^{-1} , a calibration curve was obtained.

The results were compared with those obtained by gas chromatography-mass spectrometry technique (GC-MS) used as reference method to quantify the *trans* fats.

The results obtained demonstrated that *trans* fatty acids formation in vegetable oils during heating, is closely related to process temperature and time and also that *trans* fatty acids can only be formed under severe conditions.

Autentificarea uleiurilor vegetale din România prin metode spectroscopice și cromatografice

Abstract

Verificarea autenticității alimentelor reprezintă o permanentă întrecere de proceduri analitice.

Uleiurile vegetale reprezintă una dintre cele mai importante clase de produse din alimentația umană. În prezent interesul cercetătorilor din domeniul analizei calității alimentelor s-a îndreptat către perfecționarea și eficientizarea metodelor de stabilire a autenticității celor mai importante categorii de produse alimentare dintre care uleiurile vegetale, vinurile sau brânzeturile.

Datele din literatură permit interpretarea precisă a semnalelor acizilor grași în spectrele ^1H -RMN.

Spectroscopia ^1H -RMN oferă două posibilități prin care se pot autentifica uleiurile vegetale. Prima posibilitate este aceea ca pe baza datelor spectrale ^1H -RMN ale uleiurilor vegetale să se determine compoziția uleiurilor pe patru clase de acizi grași folosind sisteme de ecuații chemometrice. A doua posibilitate propusă în acest studiu presupune exploatarea informațiilor furnizate de spectrul ^1H -RMN al uleiurilor vegetale în mod direct, fără a mai trece prin calcule de compoziție, îmbunătățind metoda de autentificare atât din punct de vedere al timpului de lucru, cât și din punct de vedere al calității discriminării.

Valorile integralelor semnalelor din spectrele ^1H -RMN ale uleiurilor vegetale, reprezintă datele primare pentru prelucrarea statistică prin tehnica PCA (*Principal Component Analysis*) în vederea autentificării uleiurilor vegetale românești după soi, zonă de cultură și an de recoltă.

Prin această metodă au fost discriminate principalele uleiuri vegetale românești, floarea soarelui, soia, rapiță și in, dar și 14 soiuri de struguri, pe baza compoziției uleiului extras din sămburi.

Procese de încălzire ale uleiurilor vegetale, îndeosebi în cazurile când acestea sunt conduse la temperaturi ridicate și au o durată prelungită, conduc la modificări importante de compoziție, ca urmare a proceselor chimice care au loc.

Sub aspectul modificărilor de compoziție produse la temperaturi ridicate au fost examinate prin spectroscopie IR (prin integrarea benzii caracteristice pentru *trans* de la 966cm^{-1}) și cromatografie de gaze (prin compararea timpilor de retenție cu cei ai unor standarde), cele mai utilizate uleiuri alimentare în activitățile casnice: *floarea soarelui, porumb, soia și in*.

Tratamentul termic a inclus termostatarea pentru perioade de timp adecvate (de regulă până la 33 de ore) la trei temperaturi diferite 180°C , 210°C și 250°C (atât în sistem deschis cât și în sistem închis). Regimul termic a fost ales pentru a simula condițiile de preparare a alimentelor prin operații de prăjire, iar colectarea datelor a fost făcută cu acuratețea necesară pentru a întreprinde o raționalizare a rezultatelor prin metode cinetice a procesului studiat.