

基于紫外光谱的花生油掺伪检测

杨晨, 于修焯*, 王昕, 桂海龙

(西北农林科技大学食品科学与工程学院, 陕西 杨凌 712100)

摘要: 为建立一种花生油掺伪检测方法, 利用花生油和其他食用油在紫外光谱特征吸收峰不同, 建立定量检测模型及并对模型进行验证分析。结果表明: 花生油与其他食用油在 280nm 处特性吸收存在差异性, 利用这一特性建立花生油掺伪定量分析模型, 其方程为 $y = 46.72x - 27.51$ (y 为掺伪比例 /%; x 为吸光度), 相关系数为 0.9779, 标准差为 3.099%。盲样验证预测值与实际掺伪值高度线性相关, 相关系数为 0.9841, 标准差为 3.849%, 检出限约为 10%, 相对误差均小于 15%。紫外光谱花生油掺伪快速检测方法是可行的。

关键词: 花生油; 掺伪; 紫外光谱; 检测

Ultraviolet Absorption Spectroscopy for the Detection of Adulteration in Peanut Oil

YANG Chen, YU Xiu-zhu*, WANG Xin, GUI Hai-long

(College of Food Science and Engineering, Northwest A & F University, Yangling 712100, China)

Abstract: An ultraviolet absorption spectroscopic method for detecting adulteration in peanut oil was developed. Based on differences in the ultraviolet characteristic adsorption peaks between peanut oil and other edible oils, a quantitative detection model was established as follows: $y = 46.72x - 27.51$ [y = adulteration ratio (% , m/m); x = absorbance]. The correlation coefficient of the model was 0.9779 and the standard deviation 3.099%. A highly linear correlation was observed between the predicted and actual adulteration ratios of an unknown sample with a correlation coefficient of 0.9841 and a standard deviation of 3.849%. The detection limit was approximately 10% and the relative error was less than 15%. The ultraviolet absorption spectroscopic method is applicable for the rapid detection of adulteration in peanut oil.

Key words: peanut oil; adulteration; ultraviolet absorption spectroscopic method; detection

中图分类号: TS227

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2012)06-0186-04

花生油含油酸、亚油酸以及白藜芦醇等活性成分, 营养价值丰富且风味独特, 深受广大消费者喜爱^[1]。花生油价格明显高于其他常见食用油如大豆油、葵花籽油、菜籽油、玉米胚芽油等, 为降低生产成本, 许多不法商贩常以价格较低的食用油掺入花生油中以牟取暴利。因此, 花生油的掺伪检测成为广大科研工作者又一新的课题。目前, 花生油掺伪检测研究主要集中在理化指标检测法、气相色谱检测法、近红外光谱检测法、核磁共振检测法等^[2-4]。其中, 理化指标检测法其检测精度倍受各方质疑^[5-6]; 气相色谱法检测时间长且仪器昂贵, 限制了其广泛应用^[7-9]; 近红外光谱法准确、无破坏性, 但需要大量样品建模, 检测费用比较昂贵^[10]; 核磁共振法研究不够成熟, 且仪器设备昂贵加

大了推广的难度^[11]。紫外光谱法具有快速、准确的特点、仪器价格低廉, 在食用油掺伪检测方面主要集中在芝麻油、泔水油的鉴别^[12-15], 而在花生油掺伪定量检测方面尚未见报道。本实验利用双光束紫外分光光度计作为检测工具对花生油与大豆油、菜籽油、玉米胚芽油、葵花籽油等食用油进行光谱分析, 以确定特征吸收峰, 并根据这一特性建立花生油掺伪检测模型, 利用模型对掺伪花生油进行定量分析, 以期对花生油掺伪的快速检测提供参考。

1 材料与amp;方法

1.1 材料、试剂与仪器

食用油及其来源见表 1。

收稿日期: 2011-03-26

基金项目: 中央高校基本科研业务费专项(QN2009074)

作者简介: 杨晨(1990—), 男, 本科生, 主要从事功能性油脂及其安全检测研究。E-mail: 522792930@qq.com

* 通信作者: 于修焯(1974—), 男, 副教授, 博士, 主要从事功能性油脂及其安全检测研究。E-mail: xiuzhuyu1004@hotmail.com

表 1 供试食用油及其来源

Table 1 Details of edible oils tested in this study

种类	品牌	制油方式	等级	生产厂家
大豆	福临门牌	浸出	国标一级	中粮食品有限公司
油	九三牌	浸出	国标三级	九三粮油工业集团有限公司
	乐买家牌	压榨	国标一级	哈尔滨乐买家粮油有限公司
菜籽	金龙鱼牌	浸出	国标一级	益海嘉里投资有限公司
油	福临门牌	浸出	国标一级	中粮食品有限公司
	邦淇牌	压榨	国标四级	西安邦淇制油科技有限公司
花生	鲁花牌	压榨(SS)	国标一级	山东鲁花集团有限公司
生油	古船牌	压榨	国标一级	北京古船油脂有限责任公司
油	福临门牌	压榨	国标一级	中粮食品有限公司
玉米	融氏牌	压榨	国标一级	上海融氏企业有限公司
胚芽	福临门牌	压榨	国标一级	中粮食品有限公司
油	多力牌	压榨	国标一级	上海佳格食品有限公司
葵花	招财鱼牌	压榨	国标一级	阳泉万和油脂有限公司
籽	金龙鱼牌	压榨	国标一级	益海嘉里投资有限公司
油	金鹿牌	压榨	国标一级	包头市金鹿油脂公司

注：其他各类散装食用油购于陕西省西安市杨凌区某农贸市场。

石油醚(分析纯) 天津市博迪化工有限公司。UV-2550 型双光束紫外分光光度计 日本岛津公司。

1.2 测定原理

不同种类植物油因所含成分不同，紫外光谱的特征吸收存在一定的差异。根据特征吸收峰产生位置不同对食用油进行定性分析；根据 Lambert-Beer 定律，当一束平行的单色光通过溶液时，溶液的吸光度与溶液浓度和厚度的乘积成正比，可通过测定油样在一定波长入射光下的吸光度建模，利用模型测定掺伪含量，实现定量分析。

1.3 光谱采集

准确称取花生油、大豆油、菜籽油、玉米胚芽油、葵花籽油各 0.5g 精确至 0.001g)，用石油醚定容至 25mL，配制成质量浓度为 20mg/mL 的标准液。设置双光束紫外分光光度计采集条件为：波长范围 250~350nm，扫描速度中速，采样间隔 0.1nm，狭缝宽 2nm。以石油醚为参比，依次扫描 5 种食用油的紫外光谱，以确定特征吸收峰。

1.4 模型建立

大豆油、菜籽油、芝麻油、葵花籽油分别与花生油混合，分别配制 5 种不同混合比例的油样各 0.5g(精确至 0.001g)，用石油醚定容至 25mL，配制成质量浓度为 20mg/mL 的溶液。以石油醚为参比，采集光谱。测定光谱在 280nm 处吸光度，以吸光度为横坐标、掺伪比例为纵坐标建立相关曲线。

1.5 模型验证

随机选取不同于建模食用油品牌的大豆油、菜籽油、玉米胚芽油、葵花籽油、大豆油玉米胚芽油比例

为 1:1(m/m，下同)混合油、菜籽油葵花籽油比例为 1:1 混合油，按 5%、10%、20%、40%、80% 的比例掺伪到纯花生油中，配成植物油质量浓度 20mg/mL 的验证样品。以石油醚为参比，采集光谱，测定光谱 280nm 处吸光度，利用模型预测掺伪比例，并与实际值进行比较分析。

2 结果与分析

2.1 光谱分析

由于 250nm 以下紫外分光光度计的仪器噪声较大，基线不稳定，故采集光谱范围为 250~350nm，其光谱如图 1 所示。

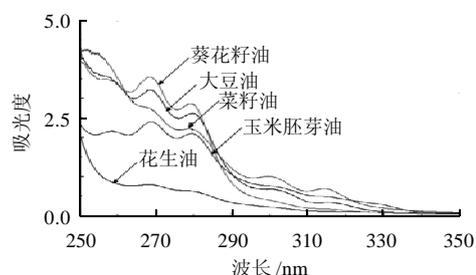


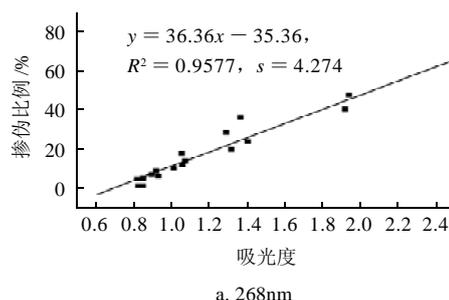
图 1 食用油紫外吸收光谱

Fig.1 UV absorption spectra of edible oils

由图 1 可以看出，花生油与其他食用油在紫外可见区的吸收光谱差异性显著。花生油在 268nm 处有吸收峰；葵花籽油在 279、269nm 处有吸收峰；大豆油在 315、300、280、268nm 处有吸收峰；菜籽油在 314、300、280nm 处有吸收峰；玉米胚芽油在 280、269、258nm 处有吸收峰。除花生油外，其他 4 种食用油在 280nm 附近均存在吸收峰，同时，4 种食用油在 268nm 处有明显特征吸收。因此，可利用波长 268nm 和 280nm 处特征吸收峰对花生油掺伪进行定性分析。

2.2 波长的确定

配制一定掺伪比例的样品，分别在 268nm 和 280nm 波长处测定其吸光度，建立掺伪模型如图 2 所示。



a. 268nm

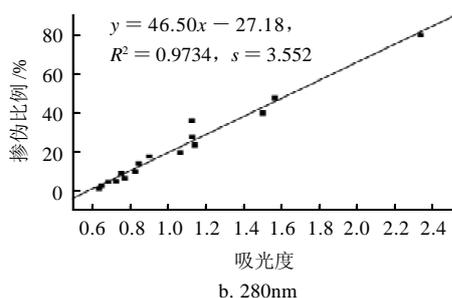


图2 不同波长吸光度与掺伪比例与的关系

Fig.2 Relationship between adulteration ratio and absorbance at two different wavelengths

由图2可知, 268nm处建立模型的相关系数 R^2 为0.9577; 280nm处建立模型的相关系数 R^2 为0.9734。波长在280nm处的模型线性关系较好, 选择建模检测波长为280nm。

2.3 模型建立

对不同掺伪比例和不同掺伪种类的花生油在280nm处进行吸光度测量, 分别建立吸光度与掺伪比例的关系, 其结果如图3所示。

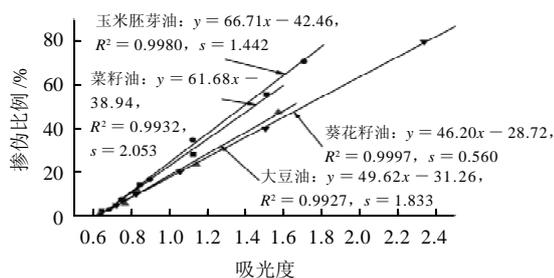


图3 4种掺伪食用油掺伪比例与吸光度关系

Fig.3 Relationship between absorbance at 280 nm and adulteration ratio of other different edible oils in peanut oil

由图3可知, 吸光度与掺伪比例线性关系良好, 4种掺伪油的相关系数分别为0.9932、0.9927、0.9980、0.9997。4种掺伪花生油的标准曲线较为相近, 故将4种掺伪油的数据进行合并, 建立一条花生油掺伪的鉴别测定模型, 其结果如图4所示。

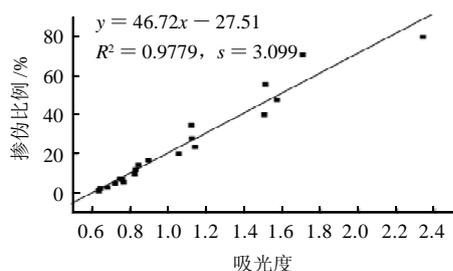


图4 掺伪模型

Fig.4 Linear model for adulteration ratio

由图4可知, 吸光度与掺伪比例高度线性相关, 模型方程为 $y = 46.72x - 27.51$, 相关系数 R^2 为0.9779, $s = 3.099$, 说明所建模型可满足花生油的掺伪检测。

2.4 模型验证

随机选取不同于建模食用油品牌的其他品牌或散装大豆油、菜籽油、玉米胚芽油、葵花籽油、大豆油玉米胚芽油比例为1:1混合油、菜籽油葵花籽油比例为1:1混合油进行掺伪并扫描紫外吸收光谱, 测定280nm吸光度, 进行模型验证, 预测掺伪比例与实际掺伪比例的关系, 其结果见图5。

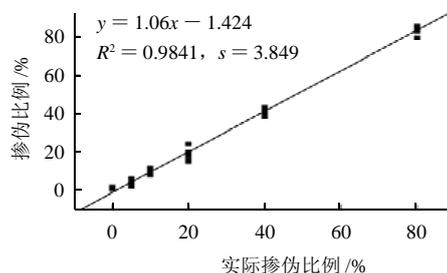


图5 模型验证

Fig.5 Relationship between the predicted and actual adulteration ratios

由图5可知, 掺伪花生油样品的掺伪比例预测值与实际值高度相关, R^2 为0.9841, 斜率为1.06接近1, s 为3.849, 可以推测该方法能够对花生油掺伪进行定量分析的检出限为7.6%。说明对于掺伪量低于10%的掺伪花生油定量测定误差较大, 不适于利用本法进行测定。模型预测结果良好, 能够满足花生油掺伪定量分析。比较样品(已知掺伪比例)预测值与真实值的差异, 其相对偏差如图6所示。

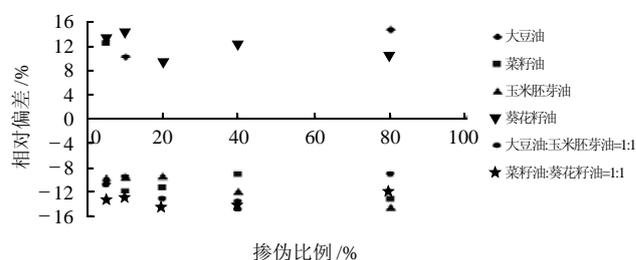


图6 不同掺伪比例花生油测定相对偏差

Fig.6 Relative deviations for determination of peanut oil adulterated with other different edible oils

由图6可知, 预测值与实际值的相对偏差均小于15%, 可以接受, 进一步表明基于紫外光谱的花生油掺伪检测是完全可行的。

3 结 论

花生油与低值植物油在 280nm 处吸光度差异性显著, 确定检测波长为 280nm。建立模型为 $y = 46.72x - 27.51$, $R^2 = 0.9779$, $s = 3.099$ 。验证模型线性关系良好, $R^2 = 0.9841$, $s = 3.849$, 斜率为 1.06 接近于 1, 检出限约为 10%, 紫外分光光度分析技术用于花生油掺伪分析避免了大量试剂的消耗, 建立模型所需样品数量较少, 简单快速、无需样品预处理、精密度较高, 且仪器价格低廉, 便于推广应用。

参考文献:

- [1] 任春玲, 曹霞. 花生油将成为中国的橄榄油[J]. 河南农业, 2009(1): 14-15.
- [2] 王江蓉, 周建平. 植物油掺伪检测方法的应用与研究进展[J]. 中国油脂, 2007, 32(6): 78-81.
- [3] 钱向明, 李桂华, 李明奇, 等. 食用油脂掺伪鉴别模式的研究[J]. 中国油脂, 2005, 30(8): 50-53.
- [4] 王江蓉, 周建平, 张令夫, 等. 植物油掺伪检测方法的应用与研究进展[J]. 中国油脂, 2007, 32(6): 78-81.
- [5] 卜宏建, 谭耀辉, 呼雪丽. 食用花生油掺杂的快速物理鉴别[J]. 食品科学, 2000, 21(1): 55-56.
- [6] 梁秀英. 芝麻油掺入花生油、棉籽油的定性定量检测[J]. 医学动物防治, 2004, 20(9): 528-529.
- [7] 李卓新. 气相色谱法测定花生油掺假的研究[J]. 粮食储藏, 2001(3): 41-43.
- [8] 何艳华. 应用气相色谱法方法测定花生油掺伪的探讨[J]. 广西质量监督导报, 2008(9): 71-72.
- [9] 黄建军. 气相色谱法对花生油中掺入菜籽油的定性鉴别[J]. 粮食与食品工业, 2005, 12(4): 54-55.
- [10] 刘福莉, 王志岚, 郑驰原, 等. 食用调和油中花生油含量的近红外光谱分析[J]. 激光生物学报, 2007, 16(6): 759-762.
- [11] 王乐, 黎勇, 胡建华. 核磁共振法鉴别食用植物油掺伪餐饮业废油脂[J]. 中国油脂, 2008, 33(10): 75-77.
- [12] 朱杏冬, 王凯雄, 臧荣春, 等. 芝麻油掺伪检测的紫外分光光度法研究[J]. 中国油脂, 2000, 25(1): 50-52.
- [13] KANG K J. Detection of adulteration in sesame oil by UV spectrophotometry[J]. Food Science and Biotechnology, 2004, 13(5): 662-665.
- [14] 王耀, 尹平河, 梁芳慧, 等. 紫外可见分光光度法鉴别掺兑水油的花生油[J]. 分析实验室, 2006, 25(3): 92-94.
- [15] 李春芝, 赵春娜, 张玉珍, 等. 利用紫外分光光度计定量检测菜籽油中棉籽油掺伪初探[C]//中国粮油学会储藏专业分会成立 20 周年学术交流论文集, 2006: 356-358.