

مقایسه کاربرد دستگاه DSC و روش ترکیب اسید چرب در تشخیص تقلب روغن زیتون فوق بکر با روغن آفتابگردان

آمنه پاشائی^{a*}، فروغ شواخی^b، مریم فهیم دانش^c، فوزان بدیعی^d، انوشه رحمانی^e

^a دانشجوی کارشناسی ارشد مهندسی کشاورزی - علوم و صنایع غذایی، واحد شهر قدس، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران، ایران
^b استادیار موسسه تحقیقات فنی و مهندسی کشاورزی، سازمان تحقیقات، آموزش و ترویج کشاورزی، کرج، ایران
^c استادیار گروه علوم و صنایع غذایی، واحد شهر قدس، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران، ایران
^d دانشیار موسسه تحقیقات فنی و مهندسی کشاورزی، سازمان تحقیقات، آموزش و ترویج کشاورزی، کرج، ایران
^e استادیار پژوهشکده غذایی و کشاورزی، پژوهشگاه استاندارد، کرج، ایران

تاریخ پذیرش مقاله: ۱۳۹۳/۱۲/۲۲

تاریخ دریافت مقاله: ۱۳۹۳/۱۰/۲۷

چکیده

مقدمه: روغن زیتون فوق بکر اصلی‌ترین منبع تامین چربی در کشورهای مدیترانه‌ای است. قیمت روغن زیتون فوق بکر بدلیل فواید سلامتی و خواص حسی ویژه آن به سرعت در بازار جهانی در حال افزایش است، به همین دلیل تقلب زیادی در آن صورت می‌گیرد. در این پژوهش کاربرد دستگاه گرماسنج روبشی تفاضلی (DSC) و روش ترکیب اسید چرب برای تشخیص تقلب روغن زیتون فوق بکر با روغن آفتابگردان، بررسی شد.

مواد و روش‌ها: مقدار ۵، ۱۰، ۱۵ و ۲۰ درصد روغن تصفیه شده آفتابگردان با روغن زیتون فوق بکر مخلوط گردید و تجزیه حرارتی نمونه‌ها بوسیله DSC و تعیین ترکیب اسید چرب آنها بوسیله GC انجام شد.

یافته‌ها: نتایج آزمون حرارتی نشان داد که در اثر افزودن روغن آفتابگردان تغییرات معناداری در ترموگرام سرد کردن و گرم کردن DSC ایجاد شد، به نحوی که در مخلوط حاوی روغن آفتابگردان، آنتالپی و دماهای آغازین و حداکثری پیک بزرگ کریستالیزاسیون در سطح حداقل ۱۰ درصد تقلب و نیز آنتالپی و دمای نهایی پیک کوچک ذوب در سطح حداقل ۵ درصد تقلب، نسبت به روغن زیتون فوق بکر اختلاف معناداری ($P < 0.05$) داشت. در آزمون تعیین ترکیب اسید چرب نیز مشاهده گردید اکثر اسیدهای چرب اصلی مخلوط‌های حاوی حداقل ۵ درصد روغن آفتابگردان نسبت به روغن زیتون فوق بکر اختلاف معناداری ($P < 0.05$) داشتند و تنها مقدار اسید بهنیک و اسید لینولئیک ترانس در مخلوط‌های حاوی ۱۵ و ۲۰ درصد روغن آفتابگردان و نیز اسید لینولئیک سیس در مخلوط حاوی ۲۰ درصد روغن آفتابگردان از حد نهایی تعیین شده آنها در استاندارد، بیشتر بود.

نتیجه‌گیری: روش DSC را می‌توان مانند روش تعیین اسید چرب برای تشخیص وجود تقلب روغن زیتون فوق بکر با روغن آفتابگردان تصفیه شده به کار برد.

واژه‌های کلیدی: ترکیب اسید چرب، تقلب، روغن آفتابگردان، روغن زیتون فوق بکر، گرماسنج روبشی تفاضلی

مقدمه

روغن زیتون فوق بکر یک ماده غذایی سرشار از اسید اولئیک و آنتی‌اکسیدان‌های طبیعی (فنول و آلفا توکوفرول‌ها) بوده و در جلوگیری از بیماری‌های قلبی موثر است. قیمت روغن زیتون فوق بکر بدلیل خواص ارگانولپتیک و فواید سلامتی آن به سرعت در بازار جهانی در حال افزایش است، به همین دلیل تقلب زیادی در تهیه و فروش آن صورت می‌گیرد. مخلوط کردن روغن زیتون فوق بکر با سایر روغن‌های ارزان قیمت تر مانند سویا، پالم، کلزا، فندق و آفتابگردان، یکی از شایع ترین انواع تقلب این روغن است (Jafari et al., 2009). روش‌های معمول مختلف در تعیین تقلب روغن زیتون، کروماتوگرافی، اسپکتروسکوپی و ارزیابی حسی است. یکی از رایج‌ترین این روش‌ها، تعیین ترکیب اسید چرب می‌باشد که در آن با استفاده از دستگاه GC، نوع و مقدار اسیدهای چرب موجود در نمونه روغن، تعیین و با نوع خالص روغن زیتون مقایسه می‌شود (Chiavaro et al., 2008). اغلب این روش‌ها گران و وقت گیر بوده و نیاز به ابزارهای پیچیده و آزمایشگاه‌های مجهز دارند. بنابراین دسترسی به تکنیک‌های آزمایشگاهی جدیدتر، برای تشخیص تقلب روغن زیتون لازم و ضروری است (Chiavaro et al., 2008). تجزیه حرارتی یکی از جدیدترین روش‌های بکارگرفته شده در سال‌های اخیر است. در بین انواع آن، استفاده از دستگاه گرماسنج روبشی تفاضلی^۱ (DSC) بیشترین کاربرد را در تحقیقات صنایع غذایی به خود اختصاص داده است. در این روش، تغییرات صورت گرفته در مواد، در اثر جذب یا از دست دادن حرارت، سبب تغییر در جریان افتراقی گرما شده و اثر آن بصورت ترموگرام‌های گرم کردن و سرد کردن ثبت می‌شود. طی حرارت دهی روغن‌ها در دستگاه DSC، دو فرآیند کریستالیزاسیون و ذوب رخ می‌دهد که از طریق تجزیه ترموگرام‌های این دو پدیده، تقلب روغن مورد بررسی قرار می‌گیرد (فقیهیان و همکاران، ۱۳۸۵).

Chiavaro و همکاران، از تجزیه حرارتی DSC برای تعیین تقلب روغن زیتون با روغن فندق استفاده کرده و مشاهده نمودند که خواص حرارتی ترموگرام‌های سرد

کردن مثل آنتالپی، دمای آغازین و محدوده انتقال حتی با افزودن ۵ درصد روغن فندق تحت تاثیر قرار گرفت و تقلب روغن فندق در روغن زیتون در سطوح ۴۰-۲۰ درصد توسط دستگاه DSC قابل تشخیص بود (Chiavaro et al., 2008). در سال ۲۰۰۹ جعفری و همکاران از سه روش دستگاهی برای تشخیص تقلب روغن‌های زیتون ایرانی استفاده کردند و به این نتیجه رسیدند که روش‌های DSC و اسپکتروفتومتری روزونانس مغناطیس هسته‌ای جایگزین‌های مناسبی برای روش گازکروماتوگرافی در تشخیص تقلب روغن زیتون بوده و روش‌های حساس و سریعی می‌باشند و استفاده از آنها در کنترل کیفیت روغن زیتون، مناسب است (Jafari et al., 2009).

Christopoulou و همکاران، کارایی تعیین اسید چرب و تری‌گلسیریدها را در تعیین تقلب روغن زیتون با روغن گیاهی خاصی تا سطح ۵ درصد مورد بررسی قرار دادند. بنابر نتایج حاصله روش تعیین اسید چرب می‌تواند در مخلوط‌های روغن زیتون فوق بکر حاوی ۵ درصد و کمتر روغن‌های سویا، کلزا، بادام زمینی، گردو و خردل، تقلب را تا سطح ۵ درصد شناسایی کند (Christopoulou et al., 2004). استفاده از GC برای تعیین کفایت روش ترکیب اسید چرب در تشخیص تقلب روغن زیتون تصفیه شده با روغن‌های نباتی کلزا، آفتابگردان، سویا و روغن تفاله زیتون مورد بررسی قرار گرفته و نتایج نشان داده است که تغییر در اسیدهای چرب بیشتر از حد استاندارد منجر به شناخت^۲ و ۴ درصد کلزا، ۱۰ درصد سویا و ۴ درصد آفتابگردان در روغن تصفیه شده شد و هیچ گونه تغییری در حدود اسیدهای چرب در مورد اختلاط با روغن تفاله زیتون بوجود نیامد (فهمیم دانش و همکاران، ۱۳۸۸).

در پژوهش اخیر، کاربرد DSC برای تشخیص تقلب روغن زیتون فوق بکر با مقادیر مختلف روغن‌های گیاهی آفتابگردان مورد بررسی قرار گرفته و با روش ترکیب اسیدچرب، مقایسه گردید.

مواد و روش‌ها

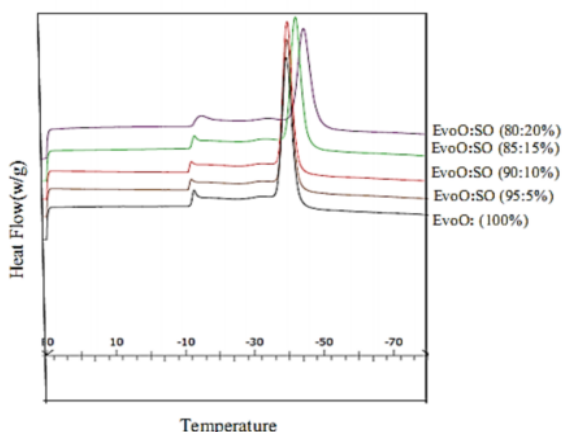
در این پژوهش روغن زیتون فوق بکر با استفاده از دستگاه پرتابل روغن کشی ایستگاه تحقیقات زیتون رودبار استحصال گردید. روغن آفتابگردان تصفیه شده نیز از یکی

¹ Differential Scanning Calorimetry

زمان بازداري نسبي آنها، نوع اسيدهای چرب شناسایی شد و مقدار آنها با محاسبه سطح زیر منحنی‌های حاصل توسط نرم افزار تعیین گردید. هر نمونه حداقل سه بار مورد آزمون قرار گرفت.

یافته‌ها

- **ترموگرام‌های سرد کردن و گرم کردن DSC**
 ترموگرام‌های سردکردن حاصل از افزودن درصد‌های مختلف روغن آفتابگردان به روغن زیتون فوق بکر در شکل ۱ نشان داده شده است. دو پدیده گرمازا (اگزوترمیک) در حین سردکردن روغن زیتون فوق بکر و مخلوط روغن زیتون و روغن آفتابگردان، دیده شد. در اثر افزودن روغن آفتابگردان، آنتالپی و دمای آغازین و دمای حداکثری پیک بزرگ کریستالیزاسیون در مخلوط‌های تقلبی روغن زیتون فوق بکر حاوی ۱۰ درصد و بیشتر روغن آفتابگردان، نسبت به روغن زیتون فوق بکر به طور معناداری کاهش یافت (جدول ۱).



شکل ۱- ترموگرام‌های سرد کردن DSC روغن زیتون فوق بکر و مخلوط ۵، ۱۰، ۱۵ و ۲۰ درصد روغن آفتابگردان با روغن زیتون فوق بکر (EvoO: روغن زیتون فوق بکر و SO: روغن آفتابگردان)

از کارخانجات معتبر کشور تهیه گردید. سپس میزان مورد نیاز از هر یک از روغن‌های زیتون فوق بکر و آفتابگردان با دقت ۰/۰۱ توزین شد و مخلوط‌های روغن زیتون حاوی ۵ و ۱۰ و ۱۵ و ۲۰ درصد روغن آفتابگردان آماده گردید. سپس با استفاده از همزن با دور ۵۰۰ دور در دقیقه و به مدت ۳ دقیقه، مخلوط‌ها هم زده و یکنواخت گردید. نمونه‌ها تا قبل از انجام آزمون در دمای محیط نگهداری شدند. تجزیه حرارتی روغن زیتون فوق بکر، روغن آفتابگردان تصفیه شده و نمونه‌های حاصل از اختلاط آنها با استفاده از دستگاه DSC مدل Mettler Toledo موسسه تحقیقات فنی مهندسی کشاورزی کرج انجام شد. $2 \pm 8/2$ میلی‌گرم نمونه‌های روغن در ظروف کوچک آلومینیومی مخصوص دستگاه وزن شده و پس از قرار گرفتن در ۳۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۳ دقیقه، با سرعت ۲ درجه سانتی‌گراد در دقیقه تا -80 درجه سانتی‌گراد سرد شد، ۳ دقیقه در دمای -80 درجه سانتی‌گراد باقی ماند و پس از آن با سرعت ۲ درجه سانتی‌گراد در دقیقه از -80 درجه سانتی‌گراد تا ۳۰ درجه سانتی‌گراد حرارت داده شد. نیتروژن نیز به عنوان گاز خنک کننده با سرعت ۵۰ سانتی‌متر مکعب در دقیقه استفاده شد. سپس ترموگرام‌ها با نرم‌افزار دستگاه (Star Software) آنالیز گردید و دماهای ابتدایی، نهایی و حداکثر پیک‌ها به دست آمد. برای شناسایی و تعیین مقدار اسیدهای چرب از دستگاه گاز کروماتوگراف مدل Clarus Perkin Elmer/500 آزمایشگاه دانشکده علوم و صنایع غذایی دانشگاه تهران استفاده شد. قبل از تزریق نمونه‌ها به داخل دستگاه، آماده‌سازی به صورت مشتق متیل استر انجام شد (Metcalf et al., 1966). جهت تجزیه متیل استرهای اسیدچرب از روش استاندارد ملی تجزیه متیل استرهای اسیدهای چرب به روش گاز کروماتوگرافی به شماره ۴۰۹۱ استفاده شد. از مقایسه منحنی‌های ترسیم شده توسط دستگاه با منحنی‌های استاندارد و بر اساس

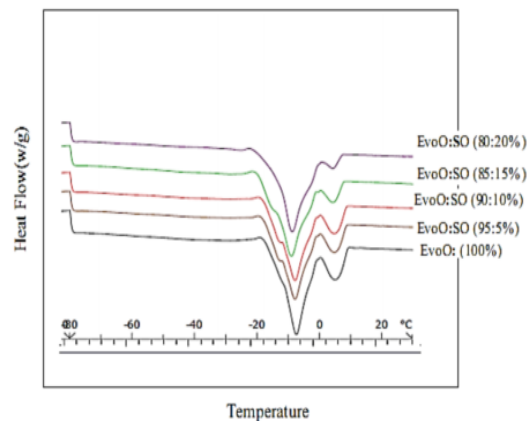
جدول ۱- مقایسه میانگین مشخصه‌های پیک بزرگ کریستالیزاسیون روغن زیتون و مخلوط آن با روغن آفتابگردان

روغن زیتون	روغن زیتون + ۵%	روغن زیتون + ۱۰%	روغن زیتون + ۱۵%	روغن زیتون + ۲۰%
روغن آفتابگردان	روغن آفتابگردان	روغن آفتابگردان	روغن آفتابگردان	روغن آفتابگردان
آنتالپی (ΔH)	$38/68 \pm 1/1^c$	$35/39 \pm 1/4^{abc}$	$35/1 \pm 0/6^{ab}$	$34/01 \pm 1/15^a$
دمای آغازین ($^{\circ}C$)	$-36/12 \pm 0/51^a$	$-37/87 \pm 4/1^b$	$-39/17 \pm 0/64^c$	$-39/98 \pm 0/64^c$
دمای ماکزیمم ($^{\circ}C$)	$-38/40 \pm 0/59^a$	$-40/24 \pm 0/71^b$	$-41/77 \pm 0/98^c$	$-42/65 \pm 0/93^c$
دمای نهایی ($^{\circ}C$)	$-41/48 \pm 0/49^c$	$-43/19 \pm 0/95^{bc}$	$-44/9 \pm 1/33^{ab}$	$-45/86 \pm 1/39^a$

چرب اشباع در اثر افزودن روغن آفتابگردان، مقدار اسید بهنیک در مخلوط‌های حاوی حداقل ۵ درصد روغن آفتابگردان نسبت به روغن زیتون فوق بکر افزایش معناداری ($p < 0.05$) را نشان داد، به گونه‌ای که مقدار اسید بهنیک در مخلوط روغن حاوی ۱۵ درصد روغن آفتابگردان (0.21 ± 0.01 درصد) و مخلوط روغن حاوی ۲۰ درصد روغن آفتابگردان (0.22 ± 0.01 درصد)، از محدوده تعیین شده در استاندارد روغن زیتون (≤ 0.2) بالاتر بوده است.

با بررسی مقدار اسیدهای چرب غیر اشباع مشاهده شد که با افزایش درصد روغن آفتابگردان، مقدار اسید اولئیک مخلوط‌های روغن، کاهش یافت. با توجه به نتایج بدست آمده، مقدار اسید اولئیک تمامی تیمارها نسبت به روغن زیتون خالص و نسبت به یکدیگر اختلاف معناداری ($p < 0.05$) داشتند. ولی اندازه آنها همچنان در محدوده تعیین شده استاندارد روغن زیتون قرار داشت. بنابر نتایج بدست آمده با افزایش درصد روغن آفتابگردان، مقدار اسید لینولئیک مخلوط‌های روغن افزایش معناداری ($p < 0.05$) یافت، به گونه‌ای که اندازه اسید لینولئیک موجود در مخلوط روغن حاوی ۲۰ درصد روغن آفتابگردان ($21/56 \pm 0.03$ درصد)، از محدوده تعیین شده در استاندارد روغن زیتون ($21-3/5$) نیز بالاتر بود. با افزایش درصد روغن آفتابگردان، مقدار اسید ترانس نیز در سطح حداقل ۵ درصد روغن آفتابگردان، افزایش معناداری ($p < 0.05$) یافت و در سطح ۱۵ و ۲۰ درصد روغن آفتابگردان، از محدوده تعیین شده استاندارد روغن زیتون خارج گردید. با بررسی اسید لینولئیک مخلوط‌های روغن مشاهده شد با افزایش درصد روغن آفتابگردان مقدار این اسید چرب تغییرچندانی نیافت و مقادیر آن در تمامی مخلوط‌ها نسبت به روغن زیتون خالص و نیز نسبت به یکدیگر اختلاف معناداری نداشت (جدول ۳).

ترموگرام‌های حرارت دهی حاصل از افزودن درصد‌های مختلف روغن آفتابگردان به روغن زیتون فوق بکر در شکل ۲ نشان داده شده است. دو پدیده گرماگیر (آندوترمیک) در حین فرآیند حرارت دهی و ذوب کریستال‌ها در روغن زیتون فوق بکر مشاهده شد. در اثر افزودن روغن آفتابگردان، آنتالپی و دمای نهایی پیک کوچک ذوب در مخلوط حاوی ۵ درصد و بیشتر روغن آفتابگردان و دمای حداکثری پیک کوچک ذوب در مخلوط حاوی ۱۰ درصد و بیشتر روغن آفتابگردان نسبت به روغن زیتون فوق بکر به طور معناداری کاهش یافت (جدول ۲).



شکل ۲- ترموگرام‌های گرم کردن DSC روغن زیتون فوق بکر و مخلوط ۵، ۱۰، ۱۵ و ۲۰ درصد روغن آفتابگردان با روغن زیتون فوق بکر (EvoO): روغن زیتون فوق بکر و SO: روغن آفتابگردان

ترکیب اسید چرب

با توجه به نتایج جدول ۳، با افزایش درصد روغن آفتابگردان، مقدار اسید پالمیتیک مخلوط‌های روغن زیتون فوق بکر و روغن آفتابگردان، کاهش یافت. مقدار اسید پالمیتیک مخلوط‌ها در سطح ۵ درصد و بیشتر روغن آفتابگردان نسبت به روغن زیتون خالص اختلاف معناداری ($p < 0.05$) داشت. ولی اندازه آن همچنان در محدوده تعیین شده استاندارد روغن زیتون قرار داشت. در بین اسیدهای

جدول ۲- مقایسه میانگین مشخصه‌های پیک کوچک ذوب روغن زیتون و مخلوط آن با روغن آفتابگردان

روغن زیتون	روغن زیتون + ۵%	روغن زیتون + ۱۰%	روغن زیتون + ۱۵%	روغن زیتون + ۲۰%
روغن آفتابگردان	روغن آفتابگردان	روغن آفتابگردان	روغن آفتابگردان	روغن آفتابگردان
آنتالپی (ΔH)	$10/35 \pm 0/16^c$	$6/75 \pm 0/42^c$	$4/77 \pm 0/54^b$	$3/11 \pm 0/4^a$
دمای آغازین ($^{\circ}C$)	$-0/84 \pm 0/03^a$	$0/8 \pm 0/16^a$	$1/01 \pm 0/43^a$	$1/03 \pm 0/36^a$
دمای ماکزیم ($^{\circ}C$)	$5/34 \pm 0/07^d$	$4/82 \pm 0/11^{bc}$	$4/63 \pm 0/19^b$	$4/27 \pm 0/23^a$
دمای نهایی ($^{\circ}C$)	$8/95 \pm 0/04^c$	$8/12 \pm 0/08^c$	$7/59 \pm 0/11^b$	$6/99 \pm 0/11^a$

جدول ۳- ترکیب اسید چرب مخلوط های روغن زیتون فوق بکر با روغن آفتابگردان تصفیه شده برحسب درصد

اسیدچرب	روغن زیتون	روغن زیتون + ۵%	روغن زیتون + ۱۰%	روغن زیتون + ۱۵%	روغن زیتون + ۲۰%
	روغن آفتابگردان	روغن آفتابگردان	روغن آفتابگردان	روغن آفتابگردان	روغن آفتابگردان
C16:0	۱۲/۵۰±۰/۰۶ ^d	۱۲/۱۵±۰/۰۳ ^c	۱۱/۸۲±۰/۰۳ ^b	۱۱/۴۲±۰/۰۳ ^a	۱۱/۳۵±۰/۰۲ ^a
C18:0	۳/۰۲±۰/۰۳ ^a	۳/۰۸±۰/۰۳ ^{ab}	۳/۲۰±۰/۰۴ ^{ab}	۳/۳۱±۰/۰۲ ^b	۳/۳۱±۰/۰۸ ^b
C22:0	۰/۰۸±۰/۰۱ ^a	۰/۱۲±۰/۰۱ ^b	۰/۱۶±۰/۰۱ ^c	۰/۲۱±۰/۰۱ ^d	۰/۲۲±۰/۰۱ ^d
C16:1	۰/۸۸±۰/۰۳ ^d	۰/۷۳±۰/۰۳ ^c	۰/۶۶±۰/۰۳ ^b	۰/۶۱±۰/۰۴ ^a	۰/۵۸±۰/۰۳ ^a
C18:1	۶۹/۶۸±۰/۰۷ ^c	۶۷/۸۳±۰/۰۳ ^d	۶۵/۶۵±۰/۰۱ ^c	۶۳/۳۳±۰/۰۲ ^b	۶۱/۰۱±۰/۰۲ ^a
C20:1	۰/۲۵±۰/۰۰۶ ^b	۰/۲۶±۰/۰۰۶ ^b	۰/۲۶±۰/۰۰۶ ^b	۰/۲۷±۰/۰۰۶ ^b	۰/۲۲±۰/۰۰۶ ^a
C۱۸:۲	۱۱/۷۸±۰/۰۳ ^a	۱۴/۱۱±۰/۰۵ ^b	۱۶/۵۵±۰/۰۳ ^c	۱۹/۶۱±۰/۰۸ ^d	۲۱/۵۶±۰/۰۳ ^c
C۱۸:۲ T	۰/۰۲±۰/۰۰۶ ^a	۰/۰۳±۰/۰۰ ^b	۰/۰۵±۰/۰۰ ^c	۰/۰۷±۰/۰۰ ^d	۰/۰۸±۰/۰۰ ^c
C۱۸:۳	۰/۵۱±۰/۰۱ ^a	۰/۵۰±۰/۰۱ ^a	۰/۵۰±۰/۰۱ ^a	۰/۵۱±۰/۰۳ ^a	۰/۵۱±۰/۰۱ ^a

شاخص مناسب تری برای تشخیص تقلب روغن زیتون با روغن آفتابگردان باشد.

- ترکیب اسید چرب

همانگونه که مشاهده شد مقدار اسید پالمیتیک در مخلوط های حاوی حداقل ۵ درصد روغن آفتابگردان نسبت به روغن زیتون فوق بکر کاهش معناداری ($p < 0.05$) را نشان دادند که علت آن کمتر بودن مقدار اسید پالمیتیک در روغن آفتابگردان نسبت به روغن زیتون می باشد. ولی به دلیل بیشتر بودن مقدار اسید بهنیک در روغن آفتابگردان نسبت به روغن زیتون، مقدار این اسید چرب در مخلوط های حاوی حداقل ۵ درصد روغن آفتابگردان نسبت به روغن زیتون فوق بکر افزایش معناداری ($p < 0.05$) را نشان دادند. به گونه ای که مقدار آن در مخلوط روغن حاوی ۱۵ و ۲۰ درصد روغن آفتابگردان از محدوده تعیین شده در استاندارد روغن زیتون نیز بالاتر بوده است. بنابراین به نظر می رسد در بین اسیدهای چرب اشباع، اسید بهنیک شاخص مناسب تری برای تشخیص تقلب وجود روغن آفتابگردان در روغن زیتون است.

بنابر نتایج حاصله در بین اسیدهای چرب غیر اشباع، در اثر افزودن روغن آفتابگردان بیشترین تغییرات در اسید لینولئیک و اسید لینولئیک ترانس مخلوط های روغن مشاهده شد. زیرا مقدار اسید لینولئیک در سطح ۲۰ درصد روغن آفتابگردان و مقدار اسید لینولئیک ترانس در سطح ۱۵ و ۲۰ درصد روغن آفتابگردان، از محدوده تعیین شده استاندارد روغن زیتون خارج گردید ولی مقدار اسید چرب های اولئیک و لینولئیک همه تیمارها در محدوده

بحث

- ترموگرام های سرد کردن و گرم کردن DSC

پیک بزرگ کریستالیزاسیون روغن زیتون با کریستالیزاسیون تری آسیل گلیسرول های با درجه غیر اشباعیت بالا مرتبط است (Chiavaro *et al.*, 2008). همانگونه که مشخص شد آنتالپی و دمای آغازین و دمای حداکثری پیک بزرگ کریستالیزاسیون مخلوط های حاوی ۱۰ درصد و بیشتر روغن آفتابگردان، نسبت به روغن زیتون فوق بکر به طور معناداری کاهش یافت. علت این پدیده را می توان به افزایش قطعات لیپیدی غیر اشباع در اثر افزودن روغن آفتابگردان نسبت داد. بنابراین به نظر می رسد تشخیص وجود ۱۰ درصد و بیشتر روغن آفتابگردان در روغن زیتون فوق بکر با توجه به تغییرات معنادار آنتالپی و دمای آغازین و دمای حداکثری پیک بزرگ کریستالیزاسیون امکان پذیر باشد.

پیک کوچک ذوب نیز با تری آسیل گلیسرول هایی با درجه غیر اشباعیت کم (دارای یک اسید چرب غیر اشباع و دو اسید چرب اشباع) مرتبط است (Chiavaro *et al.*, 2008). آنتالپی و دمای نهایی پیک کوچک ذوب در مخلوط حاوی ۵ درصد و بیشتر روغن آفتابگردان، و دمای حداکثری در مخلوط حاوی ۱۰ درصد و بیشتر روغن آفتابگردان نسبت به روغن زیتون فوق بکر به طور معناداری کاهش یافت. که علت آن را می توان به کاهش اسیدهای چرب اشباع (اسید پالمیتیک و اسید استئاریک) در اثر افزودن روغن آفتابگردان نسبت داد. بنابراین به نظر می رسد در بین داده های پیک کوچک ذوب، آنتالپی و دمای نهایی با کاهش معنادار در سطح ۵ درصد روغن آفتابگردان،

به روش گازکروماتوگرافی. استاندارد ملی ایران، شماره ۴۰۹۱، چاپ اول.

بی‌نام. (۱۳۸۹). روغن زیتون، ویژگی‌ها و روش‌های آزمون. استاندارد ملی ایران، شماره ۱۴۴۶، تجدید نظر دوم. فقیهیان، ح.، شاهرخیان، س. و کاظمیان ح. (۱۳۸۵). روش‌های تجزیه حرارتی. انتشارات دانشگاه اصفهان، ۱۸۵ صفحه.

فهمید دانش، م.، شریعتی، س. (۱۳۸۸). تشخیص تقلب در روغن زیتون بروش گاز کروماتوگرافی. مجله علوم و فناوری غذایی، شماره ۲، صفحات ۷۶-۷۱.

Chiavaro, E., Rodriguez-Estradab, M. T., Barnaba, C., Vittadini, E., Cerretanic, L. & Bendinic A. (2008). Differential scanning calorimetry: A potential tool for discrimination of olive oil commercial categories. *Analytica Chimica Acta*, 625, 215-226.

Chiavaro, E., Vittadini, E., Rodriguez-Estradab, M. T., Cerretanic, L. & Bendinic A. (2008). Differential scanning calorimeter application to the detection of refined hazelnut oil in extra virgin olive oil. *Food Chemistry*, 110, 248-256.

Christopoulou, E., Lazaraki, M., Komaitis, M. & Kaselimis, K. (2004). Effectiveness of determination of fatty acids and triglycerides for the detection of adulteration of olive oils with vegetable oils. *Food Chemistry*, 84, 463-474.

Jafari, M., Kadivar, M. & Keramat, J. (2009). Detection of adulteration in Iranian olive oils using instrumental (GC, NMR, DSC) methods. *Journal of the American oil Chemists Society*, 86, 103-110.

Metcalf, L. D., Schmitz, A. A. & Pelka J. R. (1966). Rapid preparation of fatty acid esters from lipids for gas chromatographic analysis. *Anal. Chem.*, 38, 514-515.

استاندارد بودند. به نظر می‌رسد بدلیل مقدار زیاد اسید لینولئیک در روغن آفتابگردان، اسید لینولئیک و اسید لینولئیک ترانس شاخص مناسبی برای تشخیص تقلب وجود روغن آفتابگردان در روغن زیتون باشند.

نتیجه‌گیری

در پژوهش حاضر در آزمون تعیین ترکیب اسید چرب مشاهده گردید اکثر اسیدهای چرب اصلی مخلوط‌های حاوی حداقل ۵ درصد روغن آفتابگردان نسبت به روغن زیتون فوق بکر اختلاف معناداری ($P < 0.05$) داشتند ولی در مقایسه با محدوده استاندارد روغن زیتون، تنها مقدار اسید بهنیک و اسید لینولئیک ترانس در مخلوط‌های حاوی ۱۵ و ۲۰ درصد روغن آفتابگردان و اسید لینولئیک در مخلوط حاوی ۲۰ درصد روغن آفتابگردان، از حد نهایی تعیین شده آنها در استاندارد، بیشتر بود.

در آزمون حرارتی، طی گرم کردن مخلوط‌های حاوی روغن آفتابگردان، DSC توانست تقلب روغن زیتون با روغن آفتابگردان را در سطح حداقل ۵ درصد، از طریق تغییرات معنادار ایجاد شده در آنتالپی و دمای نهایی پیک کوچک ذوب تشخیص دهد. با آنالیز ترموگرام‌های سرد کردن نیز وجود حداقل ۱۰ درصد روغن آفتابگردان بدلیل تغییرات معنادار آنتالپی و دمای آغازین و دمای حداکثری پیک بزرگ کریستالیزاسیون، تشخیص داده شد. بنابراین نتایج این تحقیق نشان داد که روش DSC نیز همانند روش تعیین ترکیب اسید چرب می‌تواند برای تشخیص وجود تقلب روغن زیتون فوق بکر با روغن آفتابگردان تصفیه شده بکار رود.

منابع

بی‌نام. (۱۳۷۷). تجزیه متیل استرهای اسیدهای چرب