تشخیص تقلبات روغن سویا در روغن کنجد بوسیله آنالیز پروفیل کروماتوگرام گازی مواد فرار روغن به روش ریز استخراج فاز جامد از فضای فوقانی با فیبرپلیمری نانوساختار

سجاد پیرسا [1]، محمد علیزاده [2*]، نادر قهرمان نژاد [3]

1- استادیار و عضو هیئت علمی گروه علوم و صنایع غذایی، دانشکده کشاورزی، دانشگاه ارومیه
2- دانشیار و عضو هیئت علمی گروه علوم و صنایع غذایی، دانشکده کشاورزی، دانشگاه ارومیه
3- دانش آموخته گروه علوم و صنایع غذایی دانشگاه ارومیه، دانشکده کشاورزی، دانشگاه ارومیه

چکیده

در این تحقیق تقلبات استفاده از روغن سویا در روغن کنجد با روش مقایسه پروفیل کروماتوگرافی گازی مواد فرار روغن کنجد خالص (I = بدون روغن سویا) و روغن کنجد حاوی II= 5، III= 10، IV=25 و V=50 درصد روغن سویا بررسی گردید. برای استخراج مواد فرار از نمونه های روغن تهیه شده از روش ریز استخراج فاز جامد از فضای فوقانی[1] استفاده گردید. از فیبر پلی استری اصلاح شده با نانوکامپوزیت پلی پیرول- اکسید مس استفاده شد. ساختار نانوکامپوزیت سنتز شده با استفاده از تکنیک میکروسکوپ الکترونی در محدوده 30-15 نانومتر تایید شد. کروماتوگرام های حاصل از هر تزریق به 5 منطقه A= 0 تا 2؛ B= 0 تا 5؛ C= 5 تا 10؛ D= 10 تا 15 و E= 15 تا 20 دقیقه تقسیم بندی شده و تعداد پیک های ظاهر شده بررسی شد. برای هر نمونه روغن 12 تکرار و در مجموع 60 نمونه روغن در شرایط مختلف در نظر گرفته شد. تعداد پیک ها در هر ناحیه کروماتوگرافی با توجه به درصد تقلب روغن سویا در روغن کنجد اعداد متفاوتی را بدست داد. نتایج بدست آمده از آنالیز تفکیک کننده خطی (LDA)[2] تعداد پیک ها در هر ناحیه برای روغن های مختلف کنجد با درصدهای مختلف سویا توانایی روش ارائه شده برای بدست آوردن وجود یا عدم وجود تقلب در روغن کنجد و نیز درصد وجود تقلب روغن سویا در روغن کنجد را به خوبی نشان داد.

کلید واژگان: تقلبات روغن کنجد؛ پروفیل کروماتوگرام گازی؛ مواد فرار؛ نانوکامپوزیت؛ ریز استخراج فاز جامد

*مسئول مکاتبات: m.alizadeh@urmia.ac.ir

1. HS-SPME (Head Space-Solid Phase Micro Extraction)
2. Linear Discrimination Analysis

[Downloaded from fsct.modares.ac.ir on 2024-10-12]

1- مقدمه

روغن کنجد مهمترین روغن در بین روغن‌های خوراکی است. دانه کنجد بیشترین میزان روغن را در بین دانه‌های روغنی دیگر داراست اما با وجود این تولید آن بسیار کمتر از دانه‌های دیگر نظیر آفتابگردان و سویا است. روغن کنجد به عنوان یک روغن با قیمت و کیفیت بالا شناخته می‌شود. این روغن بیشترین مقاومت و ماندگاری را در بین روغن‌های خوراکی با درصد بالای چربی غیراشباع دارد. نوع لیگنان و آنتی اکسیدان‌های طبیعی موجود در این روغن باعث بروز مقاومت بسیار بالا در برابر اکسیداسیون و خواص فیزیولوژیکی ارزشمند روغن کنجد شده است. روغن کنجد برای مصرف سرخ کردن، پخت و پز و سالاد استفاده می شود که دلیل آن مربوط به ترکیب اسیدهای چرب آن می باشد [1 و 2].

این روغن به گروه اسیدهای اولئیک - لینولئیک متعلق است که کمتر از 15 درصد اسید چرب اشباع دارد و بیشترین آن پالمیتیک و استئاریک و بیش از 85 درصد مجموع اسیدهای چرب آن غیراشباع است. بیش از 80 درصد کل اسیدهای چرب روغن کنجد شامل اسید اولئیک و اسید لینولئیک می باشد [3].

تقلبات مواد غذایی بر اساس میزان خطر آن برای مصرف کننده به دو دسته تقلبات خطرناک و کم خطر تقسیم می شود. به عنوان مثال: افزایش نشاسته به ماست که به منظور قوام بیشتر آن انجام می شود به عنوان یک تقلب کم خطرمی باشد در صورتی که استفاده از یک رنگ سبز صنعتی برای زیبا ساختن محصولی مثل خیارشور به طور مستقیم سلامت مصرف کننده را مورد خطر قرار می دهد [4 و 5]. بسیاری مواقع تقلبات جنبه اقتصادی داشته و برای بهره وری اقتصادی صورت می گیرد. به عنوان مثال مخلوط کردن روغن حیوانی را با انواع روغن گیاهی مانند روغن ذرت، روغن سویا، روغن پنبه دانه، روغن آفتابگردان، روغن مغزهای خوردنی به منظور سود بیشتر صورت می گیرد. مورد دیگر تقلب در روغن، مخلوط کردن روغن دنبه و پیه به روغن های حیوانی و حتی روغن های گیاهی است. از تقلبات دیگر روغن ها افزودن روغن های ارزانتر از روغن کنجد مانند روغن سویا و غیره به این روغن گرانقیمت می باشد [6 و 7].

سویا روغنی است که در تهیه مواد شیمیایی نقش عمده دارد. این روغن حاوی اسید لینولئیک بسیار بالایی است و به همین دلیل از آن نمی‌توان برای تهیه روغن سرخ کردنی استفاده کرد [8]. دانه سویا از لحاظ اسید آمینه میتونین نسبت به کنجد فقیر است و بیش از سایر دانه‌ها به پروتئین حیوانی شباهت دارد. روغن سویا 49 درصد لینولئیک اسید و 25 درصد اسیداولئیک دارد، درصد روغن سویا از سایر دانه‌های کنجد بسیار کمتر است. آلرژی به سویا معمول بوده و هر کسی قادر به استفاده از روغن سویا نیست. نشانه‌های حساسیت به سویا متفاوت بوده و می‌تواند شامل آب ریزش بینی، التهاب دستگاه گوارش و یا افت فشار ناگهانی شود. سویا خطر خونریزی را افزایش می‌دهد و در افرادی که داروهای رقیق کننده خون مصرف می‌کنند، یا اختلالات خونریزی دارند می‌بایست با احتیاط و کم مصرف شود. سویا ممکن است سطح قندخون را پایین بیاورد پس افراد دیابتی و یا کسانی که قند خون پایینی دارند باید با احتیاط آنرا مصرف کنند. افرادی که دچار کم خونی، فیبروز کیستیک یا اختلالات تیروئید، معده، روده، سیستم ایمنی و قلبی دارند، باید با احتیاط مصرف شود. افراد مبتلا به نقرس بهتر است مصرف سویا را کم و محدود نمایند [9 و10]. مجموع موارد بالا تقلبات روغن سویا در روغن کنجد و بررسی و شناسایی آن را با اهمیت جلوه می دهد.

روش سنتز شیمیایی یا روش محلول شامل رشد و رسوب نانوذرات در یک واسطه مایع حاوی انواع واکنشگر می باشد و معمولترین نمونه روش سل-ژل می‌باشد. برای کنترل شکل نهایی و اندازه ذرات می‌توان فرایند را با انتخاب مواد شیمیایی تشکیل دهنده ذرات پایدار متوقف نمود [11 و 12].

پلیمرهای هادی به عنوان دسته جدیدی از مواد که در زمینه های مختلف استفاده های گسترده ای دارند مورد مطالعه قرار گرفته اند. این پلیمرها به دلیل کاربردهای آنها در عملگرها[1]، حسگرها و جاذب ها، بسیار مورد توجه قرار گرفته‌اند. پلیمرهای هادی دسته‌ای از پلیمرهای آلی هستند که بدون افزودن هیچ ماده هادی، رسانای جریان الکتریسیته می‌باشند و درصد تخلخل بالایی دارند. رسانایی این پلیمرها به سبب وجود سیستم π-الکترونی مزدوج در طول ساختار پلیمر می‌باشد. اکثر فرم های این پلیمرها دارای نقاط فعال سطحی با بار مثبت می‌باشند، که در کنار این بارهای مثبت یونهایی با بار منفی قرار دارد. در دهه‌های اخیر رشد زیادی در توسعه پلیمرهای هادی به سبب خواص چند عاملی و پتانسیلهای کاربردی مختلف شامل تبادلگر یونی، جاذب های شیمیایی و الکتروشیمیایی، پوششهای مقاوم در برابر خوردگی، حسگرهای شیمیایی و جداسازی صورت گرفته است [13 و 14].

1. Actuator

[Downloaded from fsct.modares.ac.ir on 2024-10-12]

اصول روش SPME بر مبنای استفاده از حجم خیلی کوچکی از فاز استخراجی است که روی سطح جاذب جامد نشانده می‌شود. فاز استخراجی ممکن است یک مایع پلیمری با وزن مولکولی بالا باشد که در آن استخراج با انتقال گونه به داخل فاز آلی انجام می‌گیرد و یا ممکن است جاذب، جامد متخلخلی باشد که در آن استخراج به دنبال جذب گونه روی سطح جامد رخ می دهد [15]. اگر چه در این روش، استخراج کامل آنالیت ها از ماتریکس نمونه امکان پذیر نیست، اما توانایی تغلیظ بالا و گزینش پذیری تکنیک و آنالیز مستقیم مخلوط‌های استخراج شده با حساسیت بالا را ممکن می‌سازد. با توجه به اهمیت روغن کنجد برای بررسی تقلبات روغن کنجد می توان از پروفیل کروماتوگرام گازی مواد فرار آن استفاده کرد [16 و 17].

در این تحقیق با مقایسه پروفیل کروماتوگرافی مواد فرار روغن کنجد خالص و روغن کنجد مخلوط شده با درصد های مختلف روغن سویا میزان خلوص روغن کنجد و تقلبات روغن سویا در روغن کنجد بررسی شد. برای استخراج مواد فرار روغن ها از تکنیک ریز استخراج فاز جامد از فضای فوقانی با فیبر پلی استری اصلاح شده با نانوکامپوزیت پلی پیرول- اکسید مس استفاده شد.

2- مواد و روش ها

مونومر پیرول از شرکت مرک تهیه شد و قبل از مصرف تحت خلا تقطیر شد و با کلریدآهن III و دی کلرید مس مورد استفاده قرار گرفت. کلریدآهن III ؛ آمونیاک و دی کلرید مس که از شرکت مرک تهیه شده بودند بدون خالص سازی مجدد مورد استفاده قرار گرفتند. در تمام آزمایشات و برای تهیه ی محلول از آب مقطر دوبار تقطیر استفاده شد. تصاویر SEM[1] با استفاده از میکروسکوپ الکترون روبشی S4160C Hitachi ساخت کشور ژاپن ثبت شد. سرنگ هامیلتونی 10 و 25 میکرولیتری و پیپت های مدرج 2 و 5 میلی لیتری برای برداشتن حجم های مورد نیاز بکار رفت. شیشه‌های 12 میلی لیتری با درب سیلیکونی و پارافیلم و درپوش آلومینیومی پرسی برای انجام میکرو استخراج با روش SPME-GC به کار گرفته شد.

دستگاه کروماتوگرافی گازی اجیلنت 7890 ساخت کشور آمریکا مجهز به شناساگر یونیزاسیون شعله ای[2] و دریچه تزریق انشعابی/غیر انشعابی[3]استفاده شد.از نرم افزار chemistation برای ثبت پیک ها و آنالیز داده ها استفاده شد. برای جداسازی پیک های مواد فرار روغن کنجد دمای اولیه ستون به مدت 1 دقیقه در دمای 50 درجه سلسیوس قرار گرفت سپس با سرعت 2 درجه سلسیوس در دقیقه به دمای 80 درجه سلسیوس رسید و به مدت 5 دقیقه در آن دما نگه داشته شد. دمای دریچه تزریق و آشکارساز به ترتیب در دمای 250 و 200 درجه سلسیوس تنظیم گردید. سرعت جریان گاز حامل نیتروژن 2 میلی لیتر در دقیقه و سرعت جریان گاز نیتروژن به عنوان گاز کمکی 25 میلی لیتر در دقیقه تنظیم شد. ستون استفاده شده برای جداسازی ستون موئینه سیلیسی ساخت کشور آمریکا بوده و طول ستون 30 متر و قطر آن 0/25 میلی متر و ضخامت فاز جامد 0/32 میکرومتر می باشد.

2-1- سنتز نانو کامپوزیت پلی پیرول-اکسید مس بر روی بستر پلی استری

برای آماده ساری بستر پلی استری ابتدا سطح فیبر های پلی استری توسط محلول شوینده و آب شسته شد و سپس در دمای 60 درجه سلسیوس خشگ گردید. برای پوشش دهی بستر پلی استری با نانو کامپوزیت پلی پیرول-اکسید مس، در یک بشر حاوی 50 میلی لیتر آب مقطر مورد نیاز پیرول و اکسید مس ($CuCl_2$) اضافه شده و بشر با همزدن در دمای محیط قرار گرفت پس از یکنواخت شدن دمای محلول داخل بشر، مقداری بستر پلی استری مورد نیاز بداخل بشر اضافه شد و پس از 5 دقیقه مقدار مورد نیاز آمونیاک قطره قطره به داخل بشر اضافه شد تا pH محیط به 10 برسد، pH محیط توسط pH متر بررسی گردید. سپس مقدار مورد نیاز کلرید آهن 3 به عنوان اکسیدان و آغاز کننده ی پلیمریزاسیون که در 10 میلی لیتر آب مقطر حل شده است در مدت 5 دقیقه قطره قطره به داخل بشر اضافه شد. دمای محلول سنتزی تا 90 درجه سانتی گراد افزایش داده شد و واکنش به مدت20 دقیقه در دمای 90 درجه سانتی گراد ادامه یافت. در طول آزمایش محلول داخل بشر توسط همزن مغناطیسی همزده می شد. پس از انجام عمل پوشش دهی، بستر پلی استری پوشش داده شده از محلول خارج شد و ابتدا با آب مقطرشسته شدند و سپس در محلول آب و شوینده شسته شد تا مواد اضافی موجود در بستر خارج شود. در انتها بستر در آون با دمای 50 درجه ی سانتی گراد به مدت 30 دقیقه خشک گردید.

2-2- استفاده از فیبر پلی پیرول-اکسید مس برای استخراج

فیبر پلی پیرول-اکسید مس تهیه شده در تیوب نگهدارنده فیبر در سرنگ مخصوص SPME (که توسط گروه تحقیقاتی دکتر

1. Scanning Electron Microscope
2. Flame Ionization Detector (FID)
3.Split/Splitless injection system

[Downloaded from fsct.modares.ac.ir on 2024-10-12]

پیرسا و دکتر علیزاده طراحی شده است) قرار داده شد. قبل از استفاده از فیبر برای آزمایش SPME فیبر برای 20 دقیقه در دمای 100 درجه سلسیوس و سرانجام به مدت یک ساعت در دمای220 درجه سلسیوس تحت جریان گاز نیتروژن در منطقه تزریق دستگاه کروماتوگرافی گازی آماده سازی شد، به نحوی که آلودگی‌های آن کاملا برطرف شد.

2-3- عملیات استخراج مواد فرار از نمونه های روغن

2 میلی لیتر روغن نمونه در داخل شیشه‌های 12 میلی لیتری حاوی مگنت با درب سیلیکونی و پارافیلم و در پوش آلومینیومی پرسی قرار داده شد. سرنگ طراحی شده حاوی فیبر پلی پیرول-اکسید مس در فضای فوقانی شیشه قرار گرفت به طوری که فیبر در تماس با بخارات نمونه قرار گیرد. شیشه بر روی یک هیتر استیرر قرار گرفت. مواد فرار روغن در تماس با فیبر تهیه شده جذب فیبر می شوند. بعد از جذب مواد فرار، فیبر توسط سرنگ طراحی شده از شیشه خارج شده و بلافاصله به محل تزریق دستگاه کروماتوگرافی گازی انتقال داده می شود. با توجه به نتایج تجربی که از کارهای تحقیقاتی قبلی بدست آمده است زمان استخراج 20 دقیقه و دمای استخراج 80 درجه سانتی گراد در نظر گرفته شد.

4-2- آنالیز آماری

ماتریس داده 5 ستونی و 60 ردیفی برای محاسبات کمومتری حاصل شد. از آنالیز تفکیک کننده خطی (LDA) برای تمایز سطوح مختلف تقلب روغن سویا در روغن کنجد استفاده گردید. برای آنالیز داده ها از نرم افزار Minitab ورژن 17,1,0 استفاده گردید.

3- نتایج و بحث

1-3- مطالعه مورفولوژی پلیمر تهیه شده با استفاده از تصاویر SEM

با استفاده از تکنیک SEM مورفولوژی سطح پلی استر پوشیده شده با نانو کامپوزیت پلی پیرول-اکسید مس مورد مطالعه قرار گرفت. شکل 1 تصویر SEM نانوکامپوزیت پلی پیرول- اکسید مس سنتز شده بر روی بستر پلی استری را نشان می دهد. با توجه به آنچه از شکل بدست آمده است نانوکامپوزیت پلی پیرول-اکسید مس سنتز شده بر روی بستر پلی استری دارای اندازه های 30-150 نانومتر می باشد. همانطور که از تصاویر مشخص است در شکل مربوط به نانوکامپوزیت ذرات دانه ای اکسید مس در داخل ذرات کروی پلی پیرول قرار گرفته اند.

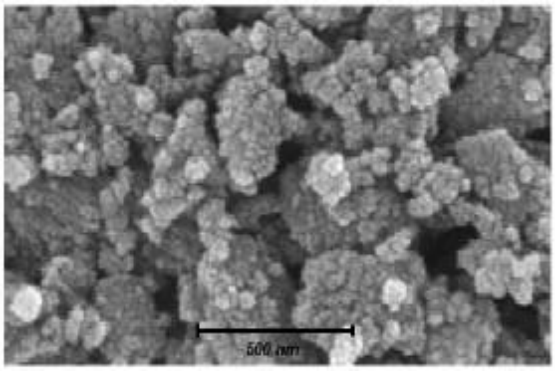

Fig 1 SEM image of the PPy-CuO film on the surfaces of the polyester fiber

2-3- طیف FT-IR پلی پیرول و نانوکامپوزیت پلی پیرول- اکسید مس

برای بررسی تشکیل نانو کامپوزیت پلی پیرول-اکسید مس و ساختار پلیمرهای سنتز شده از پلیمرهای سنتز شده در حضور اکسید مس و نیز از پلیمر سنتز شده در عدم حضور آن طیف FT-IR تهیه شد و مورد مقایسه قرار گرفت. در شکل 2 طیف a مربوط به پلی پیرول با آنیون دوپان Cl^- و طیف b مربوط به نانو کامپوزیت پلی پیرول-اکسید مس می باشد.

پیک های موجود در ناحیه 1540 و 1454 cm^{-1} به ترتیب مربوط به ارتعاش های کششی C=C و C-N می باشند، پیک های موجود در ناحیه 1300 و 1176 cm^{-1} مربوط به ارتعاش کششی مسطح -CH= می باشد [18 و 19] و نیز نشان می دهد که پلی پیرول در حالت دوپه قرار دارد [20].

پیک های نشان دهنده حضور CuO در ساختار نانوکامپوزیت به ترتیب زیر می باشند:

1- پیک های ناحیه 984 cm^{-1} و 426 cm^{-1} نشان دهنده حضور نانوذرات CuO در ترکیب می باشند.

2- پیک های ناحیه 606 cm^{-1} و 525 cm^{-1} و 432 cm^{-1} نشان دهنده ارتعاش کششی بین Cu و O در طول و و جهت های مختلف ترکیب در نانوکامپوزیت می باشد [21].

3- پیک ناحیه 606 cm^{-1} نیز نشان می دهد که پیوند بین Cu و O در ساختار وجود دارد [21].

[Downloaded from fsct.modares.ac.ir on 2024-10-12]

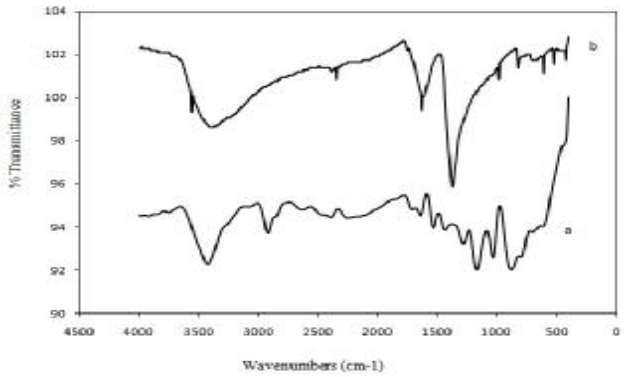

Fig 2 FT-IR spectra of the PPy (a) and PPy-CuO composite (b)

3-3- طراحی آزمایش

در این تحقیق برای مقایسه پروفیل کروماتوگرافی گازی مواد فرار روغن کنجد خالص (I = بـدون روغـن سـویا) و روغـن کنجـد حاوی II= 5، III= 10، IV=25 و V=50 درصد روغـن سـویا 5 نمونه روغن که از هر نمونه 12 نمونه تهیه شده بـود آمـاده شـد. مجموعا 60 نمونه روغن کنجد با درصدهای مختلف روغن سویا تهیه شد که در طول 2 هفته مواد فرار آنها با روش ریز اسـتخراج از فضای فوقانی نمونه های روغن با فیبر پلی استری اصلاح شده با نانوکامپوزیت پلی پیرول- اکسید مس اسـتخراج گردیـده و بـه دستگاه کروماتوگرافی گازی تزریق گردید. شکل 3 تا 6 به ترتیب کروماتوگرام های حاصل از تزریق مواد فرار نمونـه هـای کنجـد خالص؛ کنجد با افزوده 10 درصدی سویا؛ کنجـد بـا افـزوده 25 درصدی سویا و کنجد با افزوده 50 درصدی سـویا را نـشان مـی دهد.

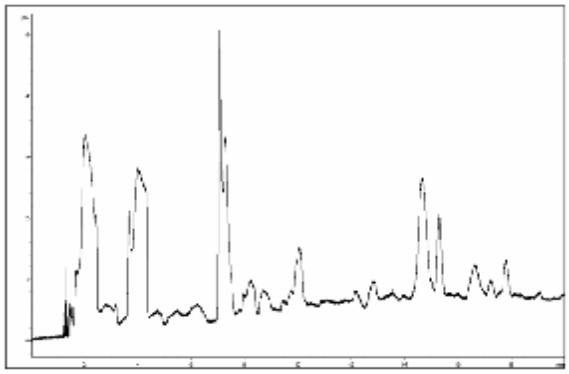

Fig 3 GC-FID chromatogram of volatile organic compounds of pure sesame oil

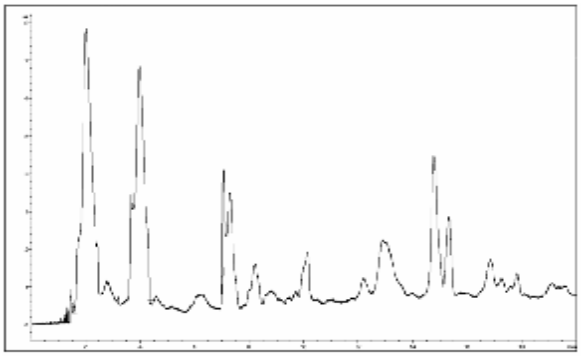

Fig 4 GC-FID chromatogram of volatile organic compounds of sesame oil adulterated with soybean oil (10%)

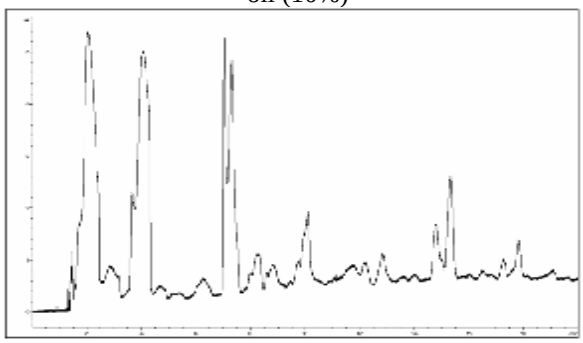

Fig 5 GC-FID chromatogram of volatile organic compounds of sesame oil adulterated with soybean oil (25%)

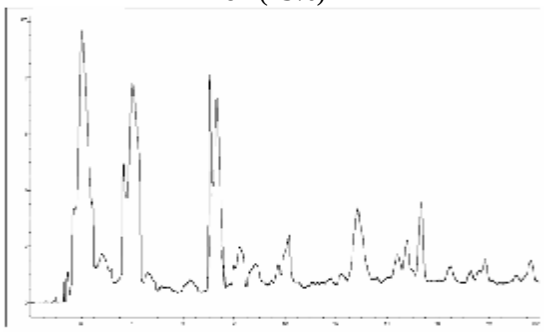

Fig 6 GC-FID chromatogram of volatile organic compounds of sesame oil adulterated with soybean oil (50%)

همانطور که از تصاویر مشخص است شکل پیک های کروماتوگرافی و نیز تعداد پیک های کروماتوگرافی برای نمونه خالص کنجد و نمونه های کنجد حاوی درصدهای مختلف سویا متفاوت است.

برای بررسی و آنالیز روغن کنجد خالص و تقلبی کروماتوگرام های حاصل از تزریق مواد فرار به دستگاه کروماتوگرافی گازی به 5 منطقه منطقه A= 0 تا 2؛ B= 0 تا 5؛ C= 5 تا 10؛ D= 10 تا 15 و E= 15 تا 20 دقیقه تقسیم بندی شده و تعداد پیک های ظاهر شده در هر ناحیه برای روغن خالص کنجد و روغن های

[Downloaded from fsct.modares.ac.ir on 2024-10-12]

حاوی سویا ثبت گردید. جدول 1 تعداد پیک ها در نواحی پنج گانه کروماتوگرام های حاصل از تزریق مواد فرار 60 نمونه روغن به دستگاه را نشان می دهد.

Table 1 the number of peaks in the five regions of the chromatograms

Sample		A 0-2 (minute)	B 0-5 (minute)	C 5-10 (minute)	D 10-15 (minute)	E 15-20 (minute)
I	I3	0	3	6	3	3
	I12	0	4	6	3	2
	I7	0	4	6	3	2
	I8	-	-	-	-	-
	I6	-	-	-	-	-
	I2	0	4	6	3	4
	I10	0	4	6	3	3
	I11	0	4	6	3	3
	I4	0	4	6	3	3
	I1	0	4	6	3	3
	I5	0	4	6	3	3
	I9	0	4	6	3	3
II	II4	1	5	7	4	3
	II3	1	5	7	4	3
	II1	1	5	7	4	2
	II10	1	5	7	4	3
	II6	1	5	7	4	3
	II2	1	5	7	4	3
	II7	1	5	7	4	4
	II12	1	5	7	4	3
	II9	1	5	7	4	3
	II8	1	5	7	4	3
	II11	1	5	7	4	3
	II5	1	5	7	4	3
III	III6	1	6	8	6	3
	III10	-	-	-	-	-
	III12	-	-	-	-	-
	III9	1	6	8	6	3
	III7	1	6	8	5	4
	III11	1	7	8	6	3
	III4	1	6	8	6	3
	III8	1	6	8	6	3
	III1	1	6	8	6	3
	III5	1	6	8	6	3
	III2	1	6	8	6	3
	III3	1	6	8	5	3

[Downloaded from fsct.modares.ac.ir on 2024-10-12]

Table 1 (continued)

Sample		A 0-2 (minute)	B 0-5 (minute)	C 5-10 (minute)	D 10-15 (minute)	E 15-20 (minute)
IV	IV8	1	7	9	6	1
	IV12	1	7	9	6	1
	IV9	1	7	9	6	1
	IV12	1	7	9	6	1
	IV5	1	7	8	6	1
	IV6	1	6	9	6	2
	IV4	1	7	9	6	1
	IV10	1	7	9	6	1
	IV7	1	6	9	6	1
	IV3	1	7	9	6	1
	IV11	1	7	9	6	1
	IV2	1	7	9	6	1
V	V4	2	8	9	6	1
	V2	-	-	-	-	-
	V10	-	-	-	-	-
	V7	2	8	8	6	1
	V12	2	8	9	6	1
	V11	2	8	9	6	2
	V9	2	8	9	6	1
	V6	2	8	9	6	1
	V2	2	8	9	6	2
	V3	2	8	9	6	1
	V3	2	8	9	6	1
	V5	-	-	-	-	-

3-4- آنالیز تفکیک کننده

آنالیز تفکیک کننده خطی یک روش تقسیم بندی هدایت شده است که در آن تعداد دسته ها و نمونه هایی که در هر دسته قرار می گیرند از قبل تعریف شده اند. این تکنیک آماری بر اساس حصول توابع تمایز خطی قرار دارد که در این توابع متغیر وابسته (دسته ها) کیفی و متغیرهای مستقل کمی می باشند.

در جدول 2 توابع تفکیک کننده خطی با چهار متغیر مستقل B, C, D و E همراه با ضرایب هرکدام از این متغیرها نشان داده شده است.

Table 2 Linear discriminant functions for different groups of adulterated oil

	I	II	III	IV	V
constant	-609.9	-926.2	-1423.0	-1588.2	-1693.4
B	51.9	65.8	77.1	83.6	97.0
C	107.5	128.0	146.3	164.1	164.8
D	108.6	192.2	185.3	184.8	184.3
E	30.2	34.9	41.9	30.5	32.9

[Downloaded from fsct.modares.ac.ir on 2024-10-12]

همانطور که این جدول نشان می دهد با افزایش درصد روغن سویا ضرایب متغیر های B و C بطور پیوسته افزایش می یابد.

شکل 4 تقسیم بندی روغن های مختلف را بر اساس مناطق مختلف کروماتوگرام گازی را نشان می دهد. همانطور که شکل نشان می دهد روغن های متعلق به سطح اختلاط مشابه بطور کارآمدی در کنار هم قرار گرفته اند و روغن های مختلف از همدیگر جداسازی شده اند.

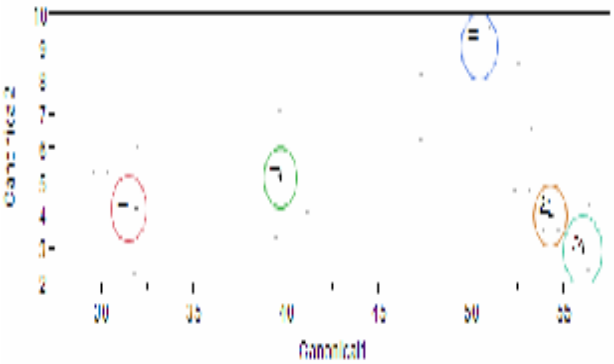

Fig 4 the LDA model chart for determination of different adulterated oils

بطور کلی نتایج آنالیز تفکیک کننده خطی نشان داد که با در نظر گرفتن تعداد پیکها در مناطق مختلف کروماتوگرام گازی می توان روغن های کنجد تقلب شده با درصدهای مختلف روغن سویا را بطور کامل از همدیگر متمایز کرد.

4- نتیجه گیری

بررسی تقلبات روغن سویا در روغن کنجد با استفاده از پروفیل کروماتوگرافی گازی مواد فرار صورت گرفت. برای تهیه کروماتوگرام های گازی مواد فرار نمونه های روغن، از فیبر پلی استری اصلاح شده با نانوکامپوزیت پلی پیرول- اکسید مس استفاده شد. مواد فرار نمونه های روغن با روش ریز استخراج فاز جامد از فضای فوقانی نمونه ها استخراج گردیده و به دستگاه کروماتوگرافی گازی تزریق گردید. مورفولوژی و ویژگی نانوکامپوزیت سنتز شده با تکنیک های روبش میکروسکوپ الکترونی و FT-IR بررسی شد. اندازه نانوکامپوزیت سنتز شده بین 50 تا 150 نانومتر بود. 5 نمونه روغن کنجد شامل روغن کنجد خالص (I = بدون روغن سویا) و روغن کنجد حاوی II= 5، III= 10، IV=25 و V=50 درصد روغن سویا تهیه شد که از هر نمونه 12 تکرار انجام پذیرفت. مجموعا 60 نمونه روغن تهیه شده و مواد فرار آنها به دستگاه کروماتوگرافی گازی تزریق و پروفیل کروماتوگرافی آنها ثبت گردید. کروماتوگرام های حاصل از تزریق نمونه ها به 5 ناحیه کروماتوگرافی تقسیم بندی شده و با یکدیگر مقایسه شدند. نتایج بدست آمده نشان داد تعداد پیک ها در نواحی 5 گانه کروماتوگرافی برای روغن کنجد خالص با نمونه های تقلبی متفاوت است. روش آنالیز تفکیک کننده خطی ارائه شده به راحتی قادر است خالص بودن یا نبودن روغن کنجد و حتی درصد ناخالصی روغن سویا در روغن کنجد را شناسایی کند.

5- منابع

[1] Dalal I, Goldberg M, Katz Y. Sesame seed food allergy. Current Allergy Asthma Reports 2012; 12: 339–45.

[2] Kamal E, Afaf A. The effects of extraction methods on sesame oil stability. Journal of the American Oil Chemists Society 1995; 72: 967–969.

[3] Gangur V, Kelly C, Navuluri L. Sesame allergy: a growing food allergy of global proportions. Ann Allergy Asthma Immunology journal 2005; 95: 4–11.

[4] Christopoulou E, Lazaraki M, Komaitis M, Kaselimis K. Effectiveness of determination of fatty acids and triglycerides for the detection of adulteration of olive oils with vegetable oils. Food Chemistry 2004; 84: 463-474.

[5] Dennis M. J. Recent developments in food authentication. Analyst 1998; 123: 151-156.

[6] Lopez-Feria S, Cardenas S, Garca-Mesa J. A, Valcarcel M. Classification of extra virgin olive oils according to the protected designation of origin, olive variety and geographical origin. Talanta 2008; 75: 937–943.

[7] Nagy K, Bongiorno D, Avellone G, Agozzino P, Ceraulo L, Vekey K. High performance liquid chromatography–mass spectrometry based chemometric characterization of olive oils. Journal of Chromatography A 2005; 1078: 90–97.

[8] Heald C. L, Ritchie M. R, Bolton-Smith C, Morton M. S, Alexander F. E. Phyto-oestrogens and risk of prostate cancer in

[Downloaded from fsct.modares.ac.ir on 2024-10-12]

Scottish men. British Journal of Nutrition 2007; 98: 388–96.

[9] Messina M. Soybean isoflavone exposure does not have feminizing effects on men: A critical examination of the clinical evidence. Fertility and Sterility 2010; 93: 2095–104.

[10] Yan L, Spitznagel E. Soy consumption and prostate cancer risk in men: a revisit of a meta-analysis. The American Journal of Clinical Nutrition 2009; 89: 1155–63.

[11] Bartlett P.N, Archer P.B.M, Ling-Chung S.K. Conducting polymer gas sensors. Part I. Fabrication and characterization. Sensor Actuators 1989; 19: 125–140.

[12] Bartlett P.N, Gardner J.W, Whitaker R.G. Electrochemical deposition of conducting polymers onto electronic substrates for sensor applications. Sensor Actuators A: Physical 1990; 23: 911–914.

[13] Oh E. J, Jung K.S, Macdiarmid A.G. High molecular weight soluble polypyrrole. Synthetic Metals 2002; 125: 267–272.

[14] Diaz A.F, Kanazawa K.K, Gardini G.P. Electrochemical polymerization of pyrrole, Journal of the Chemical Society. Chemical Communications 1979; 635–636.

[15] Tamer U, Ertas N, Udum Y.A, Sahin Y, Pekmez K, Yildiz A. Electrochemically controlled solid-phase microextraction (EC-SPME) based on overoxidized sulfonated polypyrrole. Talanta 2005; 67: 245-249.

[16] Arthur C.L, Killam L.M, Buchholz K.D, Berg J.R, Pawliszyn J. Automation and optimization of solid-phase microextraction. Analitical Chemistry 1992; 64: 1960.

[17] Mester Z, sturgeon R, Pawliszyn J. Solid phase microextraction as a tool for trace element speciation. Spectrochimica Acta 2001; 56: 233.

[18] Anand J, Palaniappan S, Sathyanarayana D.N. Conducting polyaniline blends and composites. Progress Polymer Science 1998; 23: 993-1018.

[19] Bhattacharya A, De, A. Conducting composites of polypyrrole and polyaniline a review. Progress Solid State Chemistry 1996; 24: 141-181.

[20] Syritski V, Reut J, Menaker A, Gyurcsányi R.E, Öpik A. Electrosynthesized molecularly imprinted polypyrrole films for enantioselective recognition of L-aspartic acid. Electrochimca Acta 2008; 53: 2729-2736.

[21] Kong Y, Zhao W, Yao S, Xu J, Wang W, Chen Z. J. Molecularly imprinted polypyrrole prepared by electrodeposition for the selective recognition of tryptophan enantiomers. Applied Polymer Science 2010; 115: 1952-1957.

[Downloaded from fsct.modares.ac.ir on 2024-10-12]

Determination of soybean oile Adulteration in sesame oile by volatile organic compounds profile by polypyrrole-CuO nanocomposite modified polyesterfiber as a solid phase microextraction agent/gas chromatography

Pirsa, S. [1], Alizadeh, M. [1*], Ghahraman-nejad, N. [1]

Department of Food Science and Technology, Faculty of Agriculture, UrmiaUniversity, Urmia, Iran

New Polypyrrole-CuO nanocomposite modified polyester fibers have been prepared by solution polymerization in the basic solution in the presence of pyrrole, $FeCl_3$ and $CuCl_2$. The morphology of the Polypyrrole-CuO film on the surface of the fibers was examined by scanning electron microscope (SEM). The presence of the CuO particle in the polypyrrole-CuO nanocomposite was verified by FT-IR spectroscopy. The synthesized particles (30-150 nanometers) were observed according to the SEM results. The synthesized fiber was used as a headspace solid phase microextraction (HS-SPME) agent to extract VOCs from sesame oil and analysis by gas chromatography. The gas chromatogram profile of pure sesame oil and sesame oil samples mixed with different proportion of soybean oil was compared and used to authentication of pure sesame oil determination. The results showed that the VOCs profile of net sesame oil is different from adulterated oils. In the gas chromatogram profile 5 section of chromatogram distinguished (A=0-2, B=0-5, C=5-10, D=10-15 and E=15-20 minutes) and used for classification of different oil groups applying linear discrimination analysis (LDA). Data analysis showed that this technique has capability to detect adulteration of sesame oil with soybean oil.

Keywords: Sesame oil, Adulteration, Linear discriminant analysis, Nanocomposite, Gas chromatogram profile

* Corresponding Author E-Mail Address: m.alizadeh@urmia.ac.ir

[Downloaded from fsct.modares.ac.ir on 2024-10-12]