

傅里叶变换红外光谱结合化学计量学用于山茶油中 掺杂大豆油的鉴别

韩建勋^{1,2}, 孙瑞雪^{2,3}, 陈颖^{2*}, 孙崇德^{1*}, 温志刚⁴

1(浙江大学 农业与生物技术学院, 浙江 杭州, 310058) 2(中国检验检疫科学研究院农产品安全研究中心, 北京, 100176)

3(中国农业大学 食品与营养工程学院, 北京, 100083) 4(赣州市产品质量监督检验所, 江西 赣州, 341000)

摘 要 建立快速定性鉴别山茶油与大豆油、菜籽油和玉米油, 以及定量检测山茶油中掺杂大豆油的傅里叶变换红外光谱(Fourier transform infrared spectroscopy, FTIR)检测方法。采用 FTIR 光谱技术, 对比山茶油与大豆油、玉米油、菜籽油红外光谱中 2 个特征峰($1\,122\text{ cm}^{-1}$ 与 $1\,096\text{ cm}^{-1}$)的峰高差异, 可快速定性区分山茶油与其他 3 种食用油, 并能鉴别掺入大豆油含量(质量分数)在 30% 及以上的山茶油; 利用 4 种食用油的 $1\,464\sim722\text{ cm}^{-1}$ 范围内的指纹光谱, 结合 PCA 算法, 建立的定性判别模型可区分山茶油及其他 3 种食用油, 并结合 PLSR 算法, 构建了检测山茶油中掺入大豆油的定量模型, 其中校正集的 RMSECV 值为 0.032 0, 验证集的 RMSEP 值为 0.029 7, 校正集和验证集的 R^2 值均能达到 0.99, 最低检测限达 1% (质量分数)。结果表明, 所建立的山茶油中掺杂大豆油的 FTIR 光谱检测方法简便、灵敏、准确, 为市场筛查掺假山茶油的快速鉴别提供了技术参考。

关键词 傅里叶变换红外光谱; 山茶油; 大豆油; 主成分分析; 偏最小二乘回归; 定量检测

山茶油是由油茶树(*Camellia Oleifera* Abel)的成熟种子经压榨或浸提而得, 富含油酸、亚油酸、亚麻酸等不饱和脂肪酸, 含量高达 90%, 营养价值高。

山茶油的价格一般是普通食用油的 3 倍以上, 部分不法厂商为获取高利润, 往往在山茶油中掺杂大豆油、玉米油等廉价植物油以降低成本。为实现山茶油的真伪鉴别, 许多科研工作者采用气相色谱^[1]、质谱^[2-3]、核磁共振^[4]、电子鼻^[5]以及光谱^[6-7]等技术广泛开展了山茶油掺假检测的研究。其中, 色谱、质谱等技术可对食用油组分进行定性定量分析, 但前处理相对繁琐, 检测时间长, 且需要大量化学试剂; 核磁共振技术快速、高效, 但仪器设备价格昂贵, 且数据分析具有难度, 不适于在基层实验室的日常检测; 电子鼻技术操作简便快捷, 但仪器自身产生的漂移问题会降低方法的准确性和灵敏性。红外光谱技术操作简单、无需或较少前处理、对样品破坏程度低, 日益受国内外学者的青睐。在山茶油及其掺假油种类识别、山茶油加工工艺判别等定性定量检测方面, 目前研究最多的是近红外光谱法^[8-11]。傅里叶变换红外光谱(Fourier transform infrared spectroscopy, FTIR)是基

于干涉后的红外光作傅里叶变换而得到的光谱, 在分辨率、信噪比、灵敏度、结果重现性及准确性等方面更具优势。近年来, FTIR 光谱技术在橄榄油^[12]、大麻籽油^[13]、胡桃油^[14]、亚麻籽油^[15]及其掺假油的定量检测以及反式脂肪酸、羰基值、酸价测定等方面多有报道, 但在山茶油真伪鉴别中研究相对较少, 国内研究人员朱启思等^[16]研究了 FTIR 光谱快速鉴别山茶油的方法。本文将采用 FTIR 光谱技术结合化学计量学建立山茶油中掺杂大豆油的定性定量方法, 为山茶油真伪的快速识别提供技术参考。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

1.1.1 材料

山茶油样品 19 份(编号为 1#~19#), 产地分别为江西省(4 份), 湖北省、湖南省、浙江省、广东省、广西省、福建省、云南省各 2 份, 安徽省 1 份, 其中压榨原油样品 13 份, 压榨精炼油 6 份, 上述山茶油样品均由赣州市产品质量监督检验所提供(详见表 1)。大豆油、玉米油以及菜籽油, 各 8 份, 编号分别为 1#~8#, 购自北京大型超市。

随机挑选大豆油(编号: 1#), 按 0%、1%、3%、5%、10%、15%、20%、25%、30%、35%、40%、45%、50%、100% (质量分数)的比例, 分别掺入到产地为

第一作者: 博士, 副研究员(陈颖为通讯作者, E-mail: chenyingcaiq@163.com)。

基金项目: 基本科研业务费专项资金资助项目(2017JK043); 国家重点研发计划项目(2016YFD0401104)

收稿日期: 2019-02-26, 改回日期: 2019-04-25

江西赣州兴国县(编号:1#)、广东河源(编号:11#)以及云南文山(编号:16#)的3份山茶油样品中,用于定量模型的构建;此外,将该大豆油按2%、4%、6%、10%、12%、15%、17%、20%、23%、25%、27%、30%、

32%、35%、38%、42%、48%、55%、60%、70%、80%以及90%(质量分数)的随机比例掺入到产地为浙江常山的山茶油样品(编号:13#)中,作为掺杂未知样品用于定量模型可靠性的验证。

表1 不同山茶油样品信息

Table 1 the information of different camellia oil samples

编号	原料产地	备注	编号	原料产地	备注
1#	江西赣州兴国县	压榨原油	11#	广东河源	压榨原油
2#	江西赣州赣县区	压榨原油	12#	广东梅州	压榨原油
3#	江西宜春市袁州	压榨精炼	13#	浙江常山	压榨原油
4#	江西吉安市遂川	压榨原油	14#	浙江建德	压榨原油
5#	福建永泰	压榨精炼	15#	安徽六安	压榨精炼
6#	福建上杭	压榨原油	16#	云南文山	压榨原油
7#	广西田阳	压榨原油	17#	云南广南	压榨精炼
8#	广西巴马	压榨精炼	18#	湖北通城	压榨原油
9#	湖南岳阳	压榨精炼	19#	湖北恩施	压榨原油
10#	湖南邵阳	压榨原油			

1.1.2 仪器

PerkinElmer Frontier™傅里叶变换红外光谱仪,中红外(DTGS)检测器,衰减全反射(attenuated total reflection, ATR)检测附件, Spectrum 软件。

1.2 方法

1.2.1 FTIR 光谱采集

直接吸取食用油样品约20 μL置于FTIR的ATR附件表面(ZnSe晶体),扫描获得FTIR谱图,每个样品做2个平行,每个平行扫描3次,扫描范围4 000~650 cm⁻¹,扫描信号累加16次,分辨率4 cm⁻¹。

1.2.2 数据处理

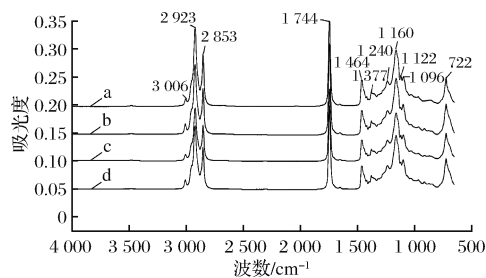
采用Origin2018软件和Matlab2018a软件对食用油光谱数据进行主成分分析(principal component analysis, PCA)及偏最小二乘回归(partial least square regression, PLSR)定量模型构建等。采用交互验证方法对光谱数据和实际掺杂量进行建模质量评判,并用不同比例掺杂油样品对模型的可靠性进行验证。

2 结果与分析

2.1 光谱分析

对19份山茶油、8份大豆油、8份菜籽油以及8份玉米油等43份食用油(表1)进行了FTIR光谱测定,分别选取山茶油1#、大豆油1#、菜籽油1#以及玉

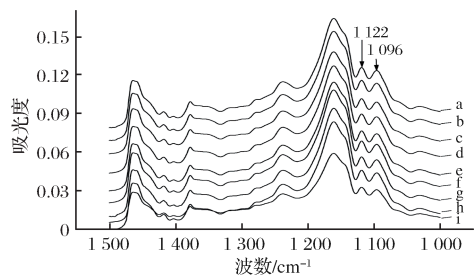
米油1#作为代表性食用油,其光谱图结果(图1)显示,4种食用油的红外光谱曲线相似,均在3 006、2 923、2 853、1 744、1 464、1 377、1 240、1 160、1 122、1 096以及722 cm⁻¹处有特征吸收峰,其吸收强度存在微小差异,且在1 464~722 cm⁻¹范围内,光谱峰峰形也有微弱不同,如在云南、湖南、湖北、广西、江西、福建、安徽、浙江及广东等我国9个主要产地山茶油中,1 122 cm⁻¹处特征峰峰高均高于1 096 cm⁻¹特征峰峰高,而在其他3种食用油中,1 122 cm⁻¹处特征峰峰高均低于1 096 cm⁻¹特征峰,因此,利用1 122与1 096 cm⁻¹处2个特征峰峰高差异可定性区分纯山茶油与其他3种食用油。



a-山茶油1#;b-大豆油1#;c-菜籽油1#;d-玉米油1#

图1 代表性山茶油、大豆油、菜籽油以及玉米油的FTIR光谱图

Fig. 1 FTIR spectra of representative camellia oil, soyabean oil, rapeseed oil and corn oil



a-云南;b-湖南;c-湖北;d-广西;e-江西;
f-福建;g-安徽;h-浙江;i-广东

图2 不同产地山茶油的 FTIR 光谱图

Fig.2 FTIR spectra of camellia oils from different geographical origins

将大豆油(编号:1#)按0%、1%、3%、5%、10%、15%、20%、25%、30%、35%、40%、45%、50%、100%(质量分数)的比例掺入到产地为江西赣州兴国县(编号:1#)的山茶油中。根据1122与1096 cm⁻¹处两个特征峰峰高差异发现,当山茶油中掺入等于或大于30%含量大豆油时,1096 cm⁻¹处特征峰峰高几乎等于或高于1122 cm⁻¹处特征峰峰高,而当山茶油中掺入低于30%含量大豆油时,1096 cm⁻¹处特征峰峰高明显低于1122 cm⁻¹处特征峰峰高(图3)。结果表明,当山茶油中掺入含量为30%及以上(质量分

数)大豆油时,通过1122与1096 cm⁻¹处2个特征峰峰高差异,可肉眼直接判定山茶油是否存在掺假。1122与1096 cm⁻¹处两个特征吸收峰是由脂肪酸的—C—O键的伸缩振动引起^[17]。结合4种食用油的脂肪酸组成(表2)发现,不同油的脂肪酸种类差别较小,除大豆油不含芥酸外,其他脂肪酸组成相同,但脂肪酸含量差异较大,如山茶油中油酸含量明显高于其他植物油,由此可能致使其特征吸收强度和指纹区域(如1464~722 cm⁻¹)吸收略有不同。基于山茶油与大豆油、菜籽油及玉米油的光谱差异,借助化学计量学,可进一步分析不同食用油的组分变量,进而实现山茶油与其他食用油的有效鉴别。

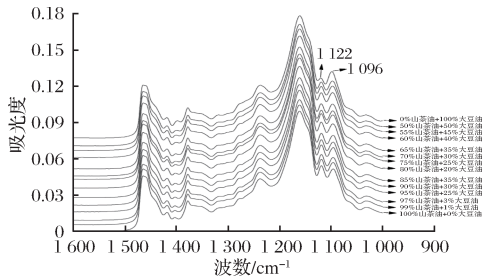


图3 山茶油与大豆油不同掺杂比的 FTIR 光谱图

Fig.3 FTIR spectra of camellia oil adulterated with soya bean oil

表2 4种食用油的脂肪酸组成^[18-19]

Table 2 the fatty acid composition of four kinds of edible oils

食用油种类	硬脂酸	棕榈酸	油酸	亚油酸	亚麻酸	花生酸	花生烯酸	肉豆蔻酸	芥酸
山茶油	1.83	9.00	79.33	8.93	0.03	0.32	0.52	0.03	0.01
大豆油	4.82	12.69	31.87	43.46	0.47	6.72	0.42	0.09	0.00
菜籽油	2.98	5.55	61.03	19.96	0.77	8.16	1.44	0.06	0.05
玉米油	10.36	15.71	33.51	37.54	0.32	2.91	0.24	0.06	0.18

2.2 主成分分析

研究中首先对19份山茶油、8份大豆油、8份菜籽油以及8份玉米油的光谱数据开展全光谱(4000~650 cm⁻¹)聚类分析,PCA结果表明,山茶油、大豆油、菜籽油以及玉米油4种食用油很难区分(结果未显示),在此基础上,截取1464~722 cm⁻¹范围内的指纹光谱数据,以尽可能消除首位噪声,避免因数据量大而造成冗余信息。4种食用油的特征光谱数据经聚类分析,获得第1、2主成分(principal component, PC),其中PC1贡献率97.28%,PC2贡献率1.88%,2个主成分累计贡献率达99.16%,能够涵盖99%以上的原始光谱信息。利用第1、2主成分得分作散点图(图4),结果表明,第1、2主成分得分可将4种食用油明显分为3个部分:山茶油、菜籽油

与玉米油、大豆油,有明显的聚类趋势,虽然菜籽油与玉米油无法分开,但利用FTIR光谱技术可有效识别山茶油和其他3种食用油。同时发现,不同产地的山茶油样品间离散度较大,这与艾芳芳的研究结果^[20]相似,大豆油样品间离散度较小。因此,在后续定量模型构建中,分别选择了离散度较大的云南文山(编号:16#)、江西赣州兴国县(编号:1#)以及广东河源(编号:11#)3个产地的山茶油样品作为被掺假对象,随机选取大豆油(编号:1#)作为掺假对象。

2.3 PLSR 定量模型构建

将产地为云南文山(编号:16#)、江西赣州兴国县(编号:1#)以及广东河源(编号:11#)的3份山茶油样品中,分别按0%、1%、3%、5%、10%、15%、

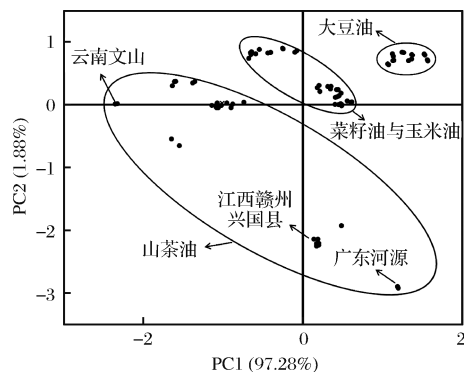


图4 山茶油、大豆油、菜籽油以及玉米油的 PCA 结果
Fig. 4 the PCA results for camellia oils, soya beam oils, rapeseed oils and corn oils

20%、25%、30%、35%、40%、45%、50% 以及 100% (质量分数) 的比例掺入大豆油 (编号:1#), 共获得 126 个光谱, 其中 84 个用作校正集分析, 其余 42 个用作验证集分析。采用 PLSR 算法对 1 464 ~ 722 cm^{-1} 范围内光谱数据进行建模。模型的好坏主要由交叉验证均方根误差 (root mean square error of cross validation, RMSECV)、预测均方根误差 (root mean square error of prediction, RMSEP) 以及决定系数 (coefficient of determination, R^2) 等综合评判。一般情况下, RMSECV 和 RMSEP 数值越低, R^2 数值越大, 模型越好^[9,21]。由图 5 和图 6 可知, 校正集的 RMSECV 值为 0.032 0, 验证集的 RMSEP 值为 0.029 7, 校正集和验证集的 R^2 值均能达到 0.99, 说明本研究所构建的 PLSR 模型能够满足山茶油中掺杂大豆油的定量判别要求, 最低检测限可达 1%。

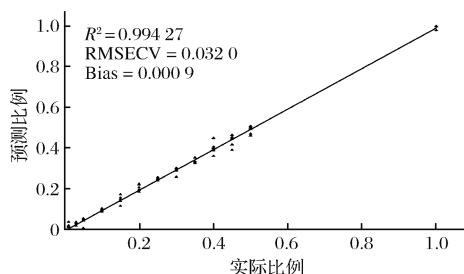


图5 山茶油与大豆油不同掺杂比校正集 PLSR 分析结果

Fig. 5 PLSR results of actual vs predicted soya bean oil content in camellia oil for calibration sets

2.4 模型可靠性验证

为检验山茶油中掺杂大豆油定量模型的可靠性, 研究中将大豆油 (编号:1#) 掺入到产地为浙江常山

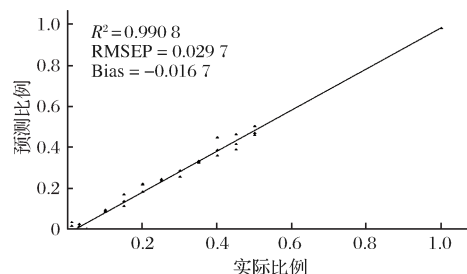


图6 山茶油与大豆油不同掺杂比验证集 PLS 分析结果
Fig 6 PLSR results of actual vs predicted soya bean oil content in camellia oil for validation sets

的山茶油 (编号:13#) 中, 掺杂比例为 2%、4%、6%、10%、12%、15%、17%、20%、23%、25%、27%、30%、32%、35%、38%、42%、48%、55%、60%、70%、80%、90% 以及 100% (质量分数), 采用上述定量模型对不同掺杂比例的 23 份样品进行了预测。由表 3 可知, 所有样品中预测比例与实际比例的绝对误差在 $\pm 10\%$ 范围之内, 最大绝对误差为 -8.22%, 对应的实际比例为 60.00%, 预测比例为 68.22%; 当实际比例低于 10% 时, 相对误差在 $\pm 30\%$ 范围之内, 实际比例等于或高于 10% 时, 相对误差在 $\pm 15\%$ 范围之内。

表3 山茶油中掺杂大豆油预测模型可靠性验证结果
Table 3 the validation of predicted model reliability for soya bean oil content in adulterated camellia oil

样品编号	实际比例/ %	预测比例/ %	绝对误差/ %	相对误差/ %
1	2	1.71	-0.29	-14.50
2	4	5.18	1.18	29.50
3	6	4.94	-1.06	-17.61
4	10	11.46	-1.46	14.63
5	12	13.58	-1.58	13.17
6	15	13.32	1.68	-11.16
7	17	14.73	2.27	-13.33
8	20	17.77	2.23	-11.12
9	23	26.10	-3.10	13.48
10	25	24.63	0.37	-1.47
11	27	28.18	-1.18	4.36
12	30	33.39	-3.39	11.32
13	32	33.54	-1.54	4.81
14	35	33.32	1.68	-5.07
15	38	35.53	2.47	-6.51
16	42	44.53	-2.53	6.05
17	48	44.55	3.45	-7.18
18	55	53.14	1.86	-3.37
19	60	68.22	-8.22	14.06
20	70	75.34	-5.34	7.61
21	80	86.74	-6.74	8.62
22	90	95.30	-5.30	5.89
23	100	102.76	-2.76	2.76

结果表明,本研究建立的 PLSR 模型可用于山茶油中掺杂大豆油的定量检测,尤其是针对掺杂大豆油比例较高的山茶油,模型预测的结果更加准确。

3 讨论与结论

近年来,围绕食用油的种类掺假、压榨与浸出工艺判别等,国内外学者采用 FTIR 光谱技术结合 PCA、层次聚类分析(hierarchical cluster analysis, HCA)、簇类独立软模式(soft independent modeling of class analogy, SIMCA)、判别因子分析(discrimination factor analysis, DFA)、PLSR 等化学计量学算法开展了大量研究,取得了不错的成果。有研究表明,由于食用油均为多种脂肪酸甘油三酯的混合物,因此不同种类的食用油有相似的 FTIR 光谱图^[22]。本研究通过比较山茶油与大豆油、玉米油和菜籽油的 FTIR 光谱图发现,4 种食用油的光谱图峰形相近,但山茶油的 $1\,122\text{ cm}^{-1}$ 处的峰高明显高于 $1\,096\text{ cm}^{-1}$ 处峰高,且不同产地山茶油两个吸收峰的峰高差异基本一致,而大豆油、玉米油和菜籽油的两个吸收峰峰高差异正好相反,因此,可将 $1\,122\text{ cm}^{-1}$ 与 $1\,096\text{ cm}^{-1}$ 处 2 个吸收峰作为山茶油的特征吸收峰。对于纯食用油而言,通过对比 2 个特征吸收峰峰高,即可肉眼直观判别是否是纯山茶油,结果判定简捷快速,且掺入大豆油含量在 30% 及以上(质量分数)的山茶油也可通过特征峰峰高差异进行判别。由于大豆油、玉米油和菜籽油的两个特征峰高差异类似,因此,很难通过峰高差异将该 3 种食用油区分。PCA 算法是一种常用的无监督的多元统计学方法,主要是通过运用少量的特征对样品进行描述,从而降低特征空间维数。目前有文献已报道采用 PCA 算法即可实现冷榨葡萄籽油掺杂大豆油^[23]、特级压榨橄榄油掺杂葵花籽油^[24] 的鉴别。本研究通过对 4 种食用油 $1\,464\sim722\text{ cm}^{-1}$ 范围内的原始光谱图进行 PCA 分析发现,山茶油、菜籽油与玉米油、大豆油,有明显的聚类趋势,虽然菜籽油与玉米油无法分开,但可有效识别山茶油和其他 3 种食用油,后期将对光谱进行平滑、归一化、求导等光谱预处理,以期实现山茶油与多种食用油的更高效区分。基于 PLSR 算法,本研究建立了山茶油中掺入大豆油的定量鉴别方法,最低检测限达 1% (质量分数)。前期有研究利用近红外光谱技术结合 PLSR 算法建立了山茶油中掺杂大豆油的检测方法,预测最低掺杂量 $\geq 2.5\%$ (质量分数)^[8]。也有研究采用中红外光谱技术实现了山茶油中掺入大豆油的定量检测,其方法

灵敏度为 5% (质量分数)^[9]。对比而言,本方法检测灵敏度更高。

综上,本文建立的 FTIR 光谱分析技术简单、快速、可靠,可定性鉴别山茶油与大豆油、菜籽油和玉米油,并能定量检测山茶油中掺杂的大豆油,为市场筛查掺假山茶油的快速鉴别提供了技术方法。后续研究我们将扩大山茶油及其他食用油的代表性样品数量,以进一步提高判别模型的稳定性和准确性。

参 考 文 献

- [1] 严晓丽,徐昕. 气相色谱法鉴别掺假山茶油定性及定量研究[J]. 食品工程, 2011(2):47-49.
- [2] 吴翠蓉,柴振林,杨柳,等. SPME-GC-MS 测定山茶油掺假[J]. 江苏农业科学, 2015(4):305-308.
- [3] 朱绍华,张帆,王美玲,等. 稳定同位素比值质谱法鉴别茶油中掺杂玉米油研究[J]. 中国食物与营养, 2013, 19(3):8-10.
- [4] SHI T, ZHU M, CHEN Y, et al. ^1H NMR combined with chemometrics for the rapid detection of adulteration in camellia oils [J]. Food Chemistry, 2017, 242:308.
- [5] 海铮,王俊. 基于电子鼻山茶油芝麻油掺假的检测研究[J]. 中国粮油学报, 2006, 21(3):192-197.
- [6] WENG R H, WENG Y M, CHEN W L. Authentication of camellia oleifera oil by near infrared fourier transform raman spectroscopy [J]. Journal of the Chinese Chemical Society, 2006, 53(3):597-603.
- [7] 胡月芳,黄志强,王灿玲. 紫外光谱法结合化学计量法鉴别茶油掺假的研究[J]. 广东农业科学, 2015, 42(23):112-116.
- [8] 张菊华,朱向荣,尚雪波,等. 近红外光谱结合偏最小二乘法用于纯茶油中掺杂菜籽油和大豆油的定量分析[J]. 食品工业科技, 2012, 33(3):334-336.
- [9] WANG L, LEE F S C, WANG X, et al. Feasibility study of quantifying and discriminating soybean oil adulteration in camellia oils by attenuated total reflectance MIR and fiber optic diffuse reflectance NIR [J]. Food Chemistry, 2006, 95(3):529-536.
- [10] 褚璇,王伟,赵昕,等. 近红外光谱和特征光谱的山茶油掺假鉴别方法研究[J]. 光谱学与光谱分析, 2017, 37(1):75-79.
- [11] 温珍才,孙通,耿响,等. 可见/近红外联合 UVE-PLS-LDA 鉴别压榨和浸出山茶油[J]. 光谱学与光谱分析, 2013, 33(9):2354-2358.
- [12] ROHMAN A, MAN Y B C, YUSOF F M. The use of FT-IR spectroscopy and chemometrics for rapid authentication of extra virgin olive oil [J]. Journal of the American Oil

- Chemists Society, 2014, 91(2):207–213.
- [13] OZREN JOVIĆ, ALAN JOVČ. FTIR-ATR adulteration study of hempseed oil of different geographic origins [J]. Journal of Chemometrics, 2017, e2938:1–9.
- [14] LI B N, WANG H X, ZHAO Q J, et al. Rapid detection of authenticity and adulteration of walnut oil by FTIR and fluorescence spectroscopy: A comparative study [J]. Food Chemistry, 2015, 81:25–30.
- [15] BRIANDA E, DAVID P, SAYO O F. Determination of adulterated neem and flaxseed oil compositions by FTIR spectroscopy and multivariate regression analysis [J]. Food Control, 2016, 68:303–309.
- [16] 朱启思, 朱丽琼, 钟国才, 等. 傅里叶变换红外光谱法快速鉴别油茶籽油掺伪[J]. 粮食科技与经济, 2015, 40(3):37–39.
- [17] 陈佳, 于修焯, 刘晓丽, 等. 基于傅里叶变换红外光谱的食用油质量安全检测技术研究进展[J]. 食品科学, 2018, 39(7):270–277.
- [18] 贺凡, 郭芹, 顾丰颖, 等. 11 种品牌玉米油脂肪酸及异构体的主成分分析[J]. 现代食品科技, 2017(2):190–196.
- [19] 彭思敏, 吴卫国, 黄天柱. 基于脂肪酸含量变化的茶油掺假判别[J]. 粮食科技与经济, 2013, 38(1):31–33;39.
- [20] 艾芳芳, 宾俊, 钟丹, 等. 油茶籽油与不同植物油脂脂肪酸成分的分析比较[J]. 中国油脂, 2013, 38(3):77–80.
- [21] JAISWAL P, JHA S N, KAUR J, et al. Rapid detection and quantification of soya bean oil and common sugar in bovine milk using attenuated total reflectance-fourier transform infrared spectroscopy [J]. International Journal of Dairy Technology, 2017, 70:1–9.
- [22] 刘玲玲, 武彦文, 张旭, 等. 傅里叶变换红外光谱结合模式识别法快速鉴别食用油的真伪[J]. 化学学报, 2012, 70(8):995–1 000.
- [23] AKIN, GÖNÜL KARUK ELMAS, SÜKRIYE NIHAN ARSLAN, et al. Chemometric classification and quantification of cold pressed grape seed oil in blends with refined soybean oils using attenuated total reflectance-mid infrared (ATR-MIR) spectroscopy[J]. LWT - Food Science and Technology, 2019, 100:126–137.
- [24] ALI H, MUHAMMAD S, ANSER M R, et al. Validation of fluorescence spectroscopy to detect adulteration of edible oil in extra virgin olive oil by applying chemometrics[J]. Applied Spectroscopy, 2018, 72(9):1 371–1 379.

Discrimination of soya bean oil in adulterated camellia oil by FTIR spectroscopy combined with chemometrics

HAN Jianxun^{1,2}, SUN Ruixue^{2,3}, CHEN Ying^{2*}, SUN Chongde^{1*}, WEN Zhigang⁴

1(College of Agriculture and Biotechnology, Zhejiang University, Hangzhou 310058, China)

2(Agro-product Safety Research Center, Chinese Academy of Inspection and Quarantine, Beijing 100176, China)

3(College of Food Science & Nutritional Engineering, China Agricultural University, Beijing 100083, China)

4(Ganzhou Quality Supervision and Inspection Institute, Ganzhou 341000, China)

ABSTRACT The aim of our research was not only to qualitatively identify camellia oil, soya bean oil, rapeseed oil and corn oil, but also to quantitatively detect the soya bean oil in adulterated camellia oil. In this study, a FTIR method was investigated for discriminating camellia oil, soya bean oil, corn oil and rapeseed oil by comparison of two characteristic peaks height ($1\,122\text{ cm}^{-1}$, $1\,096\text{ cm}^{-1}$) among those four edible oils. And it could identify pure camellia oil and camellia oil adulterated with soya bean oil ($\geq 30\%$, w/w). In conjunction with PCA algorithm, a discrimination model was also developed for qualitative detecting camellia oils and other edible oils based on analyzing the FTIR fingerprint spectra in the range of $1\,464\sim 722\text{ cm}^{-1}$. After that, for quantitative determination of soya bean oil in adulterated camellia oil, a PLSR model with the detection limit of 1% (w/w) was provided. And it obtained RMSECV value of 0.032 0 for calibration sets and RMSEP value of 0.029 7 for validation sets. R^2 of both sets could reach 0.99. In conclusion, with the characteristic of convenience, sensitivity, and accuracy, the FTIR spectroscopic methods established above has the capability for rapid verification of camellia oil adulteration in the edible oil market.

Key words FTIR spectroscopy; camellia oil; soya bean oil; principal component analysis; partial least square regression; quantitative detection