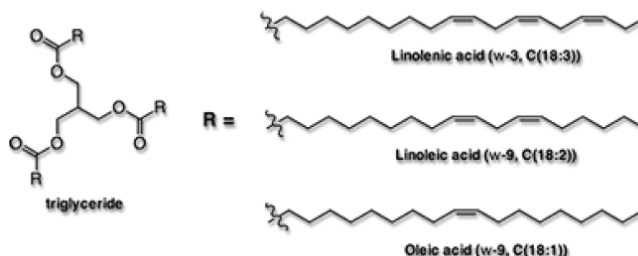


SPETTROMETRO NMR DA BANCO NMREADY-60 PER LA RILEVAZIONE DELL'ADULTERAZIONE DELL'OLIO D'OLIVA CON LA SOIA

Possedendo eccellenti caratteristiche nutrizionali e organolettiche (e.g. basso colesterolo LDL attivo, aiuta la regolazione della pressione e degli zuccheri nel sangue), l'olio di oliva è stato a lungo vulnerabile alle frodi.

Nonostante gli sforzi delle agenzie di regolamentazione, come l'International Olive Council (IOC) o l'USDA, l'olio di oliva rimane suscettibile alle adulterazioni fraudolente. L'adulterazione può essere in entrambi i casi innocua, spacciando oli più economici dell'autentico olio extra vergine di oliva (EVOO) o letali se gli oli sono contaminati con sostanze chimiche tossiche.



I metodi tipici per determinare l'adulterazione dell'olio d'oliva sono principalmente la spettrometria di massa associata alla cromatografia liquida o a gas (GC-MS o LC-MS). Queste metodologie possono richiedere molto tempo, insieme a lunghe preparazioni del campione e interpretazione dei dati. Anche se non è comunemente usata in questo contesto, la spettroscopia NMR è una tecnica alternativa che può fornire informazioni utili basate sulla distinzione delle firme chimiche all'interno dello spettro NMR dei protoni. I vantaggi nell'uso dell'NMR includono fattori di risposta lineari, veloce preparazione del campione e analisi dei dati semplice.

		% Composition
Olive Oil	Saturated fatty acids	14.00
	Monounsaturated fatty acids	72.00
	Linolenic acid (w-3)	<1.5
	Linoleic acid (w-6)	9-20
Soybean Oil	Saturated fatty acids	15.65
	Monounsaturated fatty acids	22.78
	Linolenic acid (w-3)	7
	Linoleic acid (w-6)	50
	Oleic acid (w-9)	24

Gli oli sono composti primariamente da trigliceridi con catene di acidi grassi, come gli acidi grassi insaturi mostrati qui. Ogni tipo di olio di oliva avrà una composizione attesa di acidi grassi.

Gli EVOO hanno meno grassi polinsaturi di molti altri oli, incluso quello di soia. Quindi, la spettroscopia ^1H NMR avrà meno risonanza bis-allilica di quelli adulterati con olio di soia.

Esperimento

L'olio EVOO e di soia sono stati utilizzati per preparare delle soluzioni stock 0.5M di ogni olio in d-cloroformio. Campioni puri di ogni olio sono stati preparati trasferendo 0.5ml di soluzione stock in un tube da 5mm per NMR. I campioni adulterati di EVOO sono stati preparati al 5, 10, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50 & 60% di olio di

soia. 8 scansioni con lo spettrometro ^1H NMR sono state effettuate per tre volte su ogni campione con una lunghezza spettrale di 12 ppm, 4k punti, 5s di ritardo e 0.1 Hz di apodizzazione. I dati grezzi sono stati esportati dal NMReady per effettuare una correzione della baseline, referenziali, graduati e integrati su regioni predefinite nel MNova software.

Risultati

La figura 1 mostra un tipo spettro ^1H NMR per oli puri. La regione integrale è stata definita come:

- Olefina (δ 4.92-5.67 ppm)
- Gliceride $-\text{CH}_2$ (δ 3.82-4.50 ppm)
- Bis-allilico (δ 2.50-3.05 ppm)
- Allilico/alpha-C (δ 1.75-2.50 ppm)
- Alchile (δ 0.46-1.75 ppm)

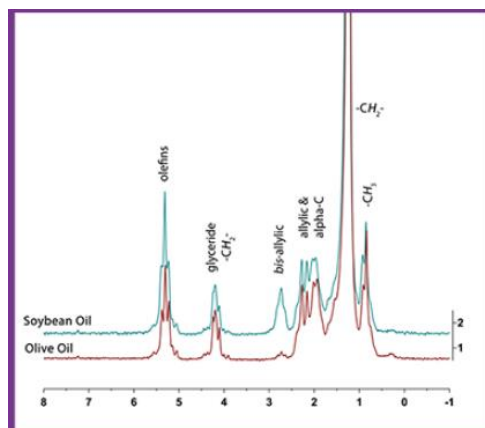


Figure 1: Representative ^1H NMR spectra outlining the integral regions for pure olive & soybean oil.

Dato che è in accordo con la composizione attesa degli acidi grassi C (18:3) e C (18:2), c'è una notevole differenza tra le risonanze bis-alliliche dei due campioni. Monitorando l'integrazione relativa di questa regione, è possibile determinare la percentuale di adulterazione con olio di soia. In figura 2 è rappresentata il cambio all'interno della regione bis-allilica aumentando il rapporto di contaminazione da soia.

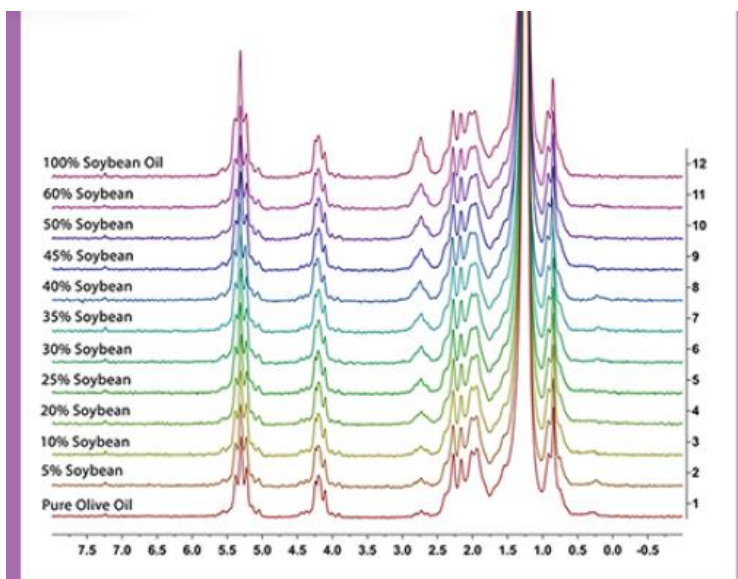
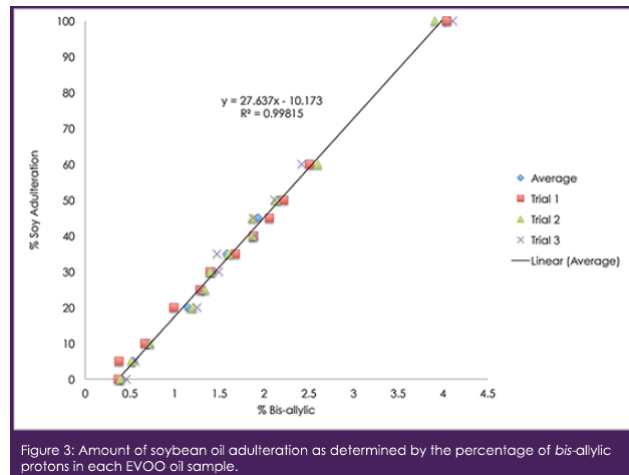


Figure 2: Stacked ^1H NMR spectra of manually adulterated olive oil-soybean oil samples.

Per ogni spettro, il rapporto dei protoni bis-allilici rispetto all'integrazione totale è stato usato per determinare la percentuale di componenti bis-allilici all'interno del campione e quindi il grado di adulterazione da olio di soia. Il suddetto rapporto è stato plottato contro la concentrazione conosciuta di adulterazione da soia per ottenere una curva calibrazione. In figura 3 è mostrata la linearità dei dati ottenuti dall'NMReady sul range di adulterazione e la precisione per ogni misura.



Conclusioni

Questo lavoro mostra l'efficacia dell'NMReady nella rapida determinazione dell'adulterazione da olio di soia nell'olio di oliva. La spettroscopia NMR, anche se non comunemente usata per questi scopi, può risultare un metodo molto utile e può beneficiare di diversi vantaggi come la semplice preparazione del campione e la rapida raccolta dei dati. Una volta che la curva di calibrazione è preparata, il rapporto di adulterazione può essere facilmente determinato in pochi minuti.

