傅立叶变换红外光谱法鉴别地沟油的研究

许洪勇，成莲，王东峰，曾石峭，殷兆平，徐育成
（河源市质量计量监督检测所，广东河源 517000）

摘要：利用傅立叶变换红外光谱法鉴别地沟油，实验结果表明，地沟油在波数 1711 cm^{-1} 处有区别于食用植物油的特征吸收峰。对于掺有地沟油的调和油，本方法可以鉴别体积分数为 10%的样品。由 GC-MS 试验推断，地沟油所测特征峰，是由羧酸类物质产生的。

关键词：地沟油；红外光谱；特征峰；鉴别
文章篇号：1673-9078(2012)6-707-708

Identification of Recycled Cooking Oil by FT-IR

XU Hong-yong, CHENG Lian, WANG Dong-feng, ZENG Shi-qiao, YIN Zhao-ping, XU Yu-cheng
(The quality measurement supervision and inspection institute, Heyuan 517000, China)

Abstract: Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR) was used to differentiate recycled cooking oil in this research. Results showed that, the recycling cooking oil had characteristic absorption peak at the wave number of 1711 cm^{-1}, which was different from fresh edible vegetable oil. For the illegal cooking oil mixed with recycled cooking oil, the detection limit is 10%. GC-MS analysis showed that the characteristic peak of the recycled cooking oil samples represented carboxylic acid.

Key words: drainage oil; infrared spectrum; characteristic peak; identification

地沟油属于餐饮业废弃油脂，不法分子通常是将其按一定比例掺混至食用植物油中，假冒合格植物油销售获利[1]。目前国内尚未制定地沟油检测的国家标准，其主要原因是地沟油成分比较复杂，其检测的特异性指标还处于研讨阶段，准确定性定量比较困难。傅里叶变换红外光谱法(Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FTIR)是常用的有机化合物结构鉴定、真伪鉴别的重要分析方法，由于化合物的分子振动光谱可以反映分子内部存在的各种基团的振动特性，因此红外光谱具有良好的指纹性[2]，而且该方法具有简便、快速、不破坏样品等特点，因此傅里叶变换红外光谱法已被广泛应用在许多研究领域。

本实验利用傅立叶变换红外光谱仪测定样品，分析研究地沟油与食用植物油的区别，继而对掺有不同比例地沟油的调和油进行鉴别研究，并利用 GC-MS 研究讨论地沟油特异性化合物，从而为地沟油的鉴别提供一种准确快速的方法。

收稿日期：2012-03-16
基金项目：广东省促进科技服务业发展计划项目（2010A040301001）
作者简介：许洪勇（1981-），男，质量工程师，食品科学硕士研究生，食品质量检测
通讯作者：许洪勇（1981-），男，质量工程师，食品科学硕士研究生，食品质量检测

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

地沟油，河源绿宇废油污处理有限公司；市售六种植物油（花生油、大豆油、玉米油、芝麻油、橄榄油、调和油）；正己烷（色谱纯）。

1.2 主要仪器与设备

IR Prestige-21 型傅立叶变换红外光谱仪（日本岛津公司）；KBr 片；GC7890/MS5975C 气质联用仪（美国安捷伦公司）。

1.3 方法

1.3.1 地沟油和市售六种植物油（花生油、大豆油、玉米油、芝麻油、橄榄油、调和油）分别取 0.01 mL 涂在 KBr 片上，并用另一块相同的 KBr 片夹住样品，红外测定，仪器预热后，扫描范围 400~4000 cm^{-1}，分辨率 4.0，扫描次数 40。

1.3.2 调和油中分别掺入体积分数为 1%、5%、10%、20%和 50%的地沟油样品，按照 1.3.1 所诉方法进行红外扫描。

1.3.3 地沟油样品溶解在正己烷中，过滤后取 0.01 mL 进样气质分析。气质联用条件：色谱柱初始温度为 40 ℃，保留 2 min；以 20 ℃/min 的速度升温到 80 ℃，保留 2 min；再以 5 ℃/min 的速度升温到 180 ℃；进样口温 250 ℃；载气为氦气，流量 1 mL/min；EI 离

子源，电子能量 70 eV；质谱扫描范围：30~600 质谱质量单位，质谱积分参数的初始阈值 20.7。

2 结果与讨论

2.1 地沟油与植物油红外光谱

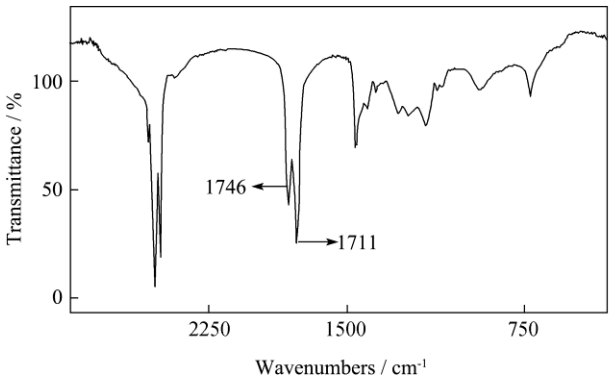


图 1 地沟油红外光谱

Fig.1 Infrared spectrum of the recycled cooking oil

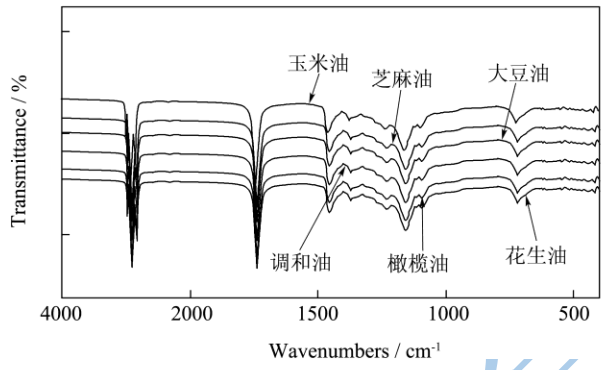


图 2 六种植物油红外光谱

Fig .2 Infrared spectrum of six vegetable oil samples

图 1、图 2 结果显示，花生油、大豆油、玉米油、芝麻油、橄榄油和调和油红外光谱基本相似，六种植物油在波数 1746 cm^{-1} 处有吸收峰，为 C=O 伸缩振动峰。地沟油在 1711 cm^{-1} 处有吸收峰，在其他波数范围内的吸收峰位置与峰形与六种植物油基本相同。波数为 1711 cm^{-1} 的特征峰位于红外吸收双键收缩振动区，在此范围内，羧酸通常以二分子缔合体的形式存在，其吸收峰出现在 1725~1700 cm^{-1} 附近[3]，由于油脂酸败，地沟油中存在大量羧酸，因此初步判断此特征峰可能是由羧酸产生的。

2.2 地沟油掺入调和油的鉴别研究

图 3 结果表明，体积分数为 10%、20%和 50%的地沟油样品在波数 1711 cm^{-1} 处均有吸收峰，峰面积分别为 0.12、1.04 和 4.12，又由 2.1 结果可知，地沟油的峰面积为 8.21，样品红外吸收峰面积与地沟油体积分数的线性相关系数为 0.99，对于掺有地沟油的调和油，该方法可以鉴别体积分数为 10%的样品。

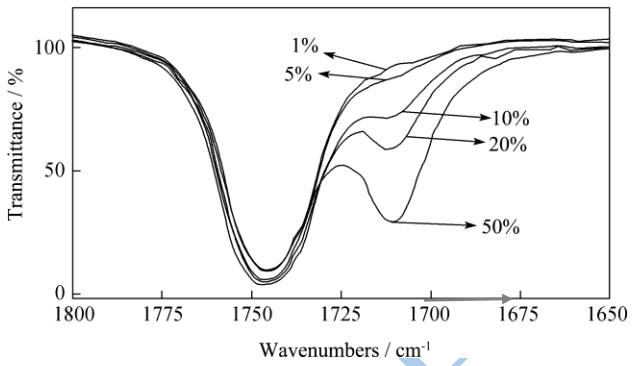


图 3 不同体积分数的地沟油红外光谱

Fig.3 Infrared spectrum of the recycled cooking oil with different volume fraction

2.3 气质联用地沟油分析结果

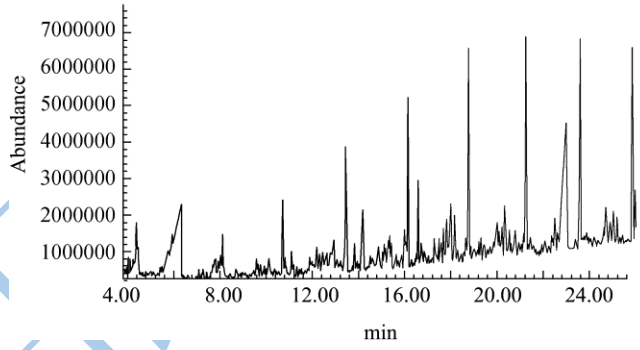


图 4 地沟油色谱图

Fig.4 GC Chromatogram of the recycled cooking oil

表 1 地沟油的成分

Table 1 Components of the recycled cooking oil by GC-MS

峰号	保留时间/min	化合物名称	化学式
1	4.376	己醛	$C_6H_{12}O$
2	4.402	丁酸	$C_4H_8O_2$
3	5.935	丙二酸	$C_3H_4O_4$
4	6.336	戊酸	$C_5H_{10}O_2$
5	13.445	十二烷	$C_{12}H_{26}$
6	16.149	十三烷	$C_{13}H_{28}$
7	17.682	二十七烷	$C_{27}H_{56}$
8	18.763	十四烷	$C_{14}H_{30}$
9	21.253	二十一烷	$C_{21}H_{44}$
10	22.747	2-溴十二烷	$C_{12}H_{25}Br$
11	22.915	月桂酸	$C_{12}H_{24}O_2$
12	23.601	十九烷	$C_{19}H_{40}$
13	25.839	十七烷	$C_{17}H_{36}$
14	25.962	十五烷	$C_{15}H_{32}$

图 4 为地沟油除去溶剂峰色谱图，由于所含物质较多，表 1 只选取了吸收峰阈值为 20.7 的地沟油成分结果，由该表可以看出，地沟油中含有比较多的烷烃和羧酸类物质，羧酸在波数 1711 cm^{-1} 处产生红外吸收

峰，成为区别于食用植物油的特征峰。该实验结果进一步验证了 2.1 的推断，地沟油中由于存在羧酸类物质而出现红外特征峰。

3 结论

食用植物油含有脂肪酸和甘油三酯，分子基团组成相似，通过红外扫描可以看出，不同品种的植物油红外光谱基本相同；地沟油虽然来源复杂，成分不固定，但由于酸败、氧化作用而含有较多的低碳羧酸及饱和烷烃，与植物油相比，地沟油在红外吸收光谱中有明显的特征吸收峰。本实验采用液膜法，利用傅里叶变换红外光谱仪扫描样品，可以有效鉴别体积分数为 10%的掺有地沟油的调和油，样品处理简便快速，1711 cm^{-1} 处的特征峰明显，因此该方法适合地沟油的检测。

参考文献

[1] 曹文明,薛斌,杨波涛,等.地沟油检测技术的发展与研究[J].粮食科技与经济,2011,36(1):41-42

[2] 邓月娥,牛立元,孙素琴.植物油红外光谱特性分析[J].河南科技学院学报,2005,25(3):66-67

[3] 朱明华.仪器分析[M].北京:高等教育出版社,2000

[4] 王乐,刘尧刚,陈凤飞,等.地沟油的污染与变质情况研究[J].武汉工业学院学报,2007,26(4):2-3

[5] 钟艳萍,钟振声,陈兰珍,等.近红外光谱技术定性鉴别蜂蜜品种及真伪的研究[J].现代食品科技,2010,26(11):1280-1281

[6] 张宁,张德权,李淑荣,等.近红外光谱定性分析技术在食品安全中的应用研究进展[J].现代食品科技,2008:218-220

（下转第 719 页）

现代食品科技