

TEC-51

DETECCIÓN DE ADULTERACIONES EN ACEITES DE OLIVA VÍRGENES CON ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO CERCANO.

FRANCISCO PEÑA (1), JUAN LUIS MORÓN (1), Y JUAN GARCÍA OLMO (2)

(1) IFAPA. CIFA "Alameda del Obispo". Córdoba. (2) SCAI. Universidad de Córdoba.

INTRODUCCIÓN

El aceite de oliva es el aceite vegetal más importante en los países del área mediterránea, la Unión Europea (U. E.) es el principal productor, generando más de dos tercios de la producción mundial. España, Italia y Grecia, suministran más de un 98% de la producción de la U. E., siendo España el primer país mundial en superficie y producción (27,5 y 27,5% respectivamente), mientras que Andalucía produce el 81% del aceite de oliva español.

Ya que la aceite de oliva es muy apreciado por su flavor y aroma y cada vez más aumenta el interés por sus propiedades nutricionales, esto hace que tenga un mayor precio en el mercado que otros aceites vegetales. Por todo lo anterior, es una tentación la adulteración de aceite de oliva con otros aceites de precios más bajos.

Una de las adulteraciones más comunes es añadir al aceite de oliva virgen aceites de otras categorías, entre ellas aceite de oliva refinado, ya que los aceites de oliva lampantes tras una desodorización a baja temperatura y elevado vacío, pueden mejorar sus características organolépticas, sin que se perciba químicamente que ha sido sometido a este proceso. Sin embargo este proceso no está permitido por la legislación vigente.

OBJETIVOS

En el presente trabajo se estudia la viabilidad de la espectroscopia NIR en la detección de adulteraciones de aceite de oliva virgen con aceite refinado de oliva y aceite desodorizado.

MATERIALES Y MÉTODOS

Se eligieron cuatro variedades aceite de oliva virgen extra, procedentes de aceitunas de las variedades: arbequina (AV), picual (PV), hojiblanca (HV) y picudo (PoV), con objeto de cubrir el mayor número de variedades con un amplio consumo y al mismo tiempo cubrir el más amplio intervalo en las propiedades físico química de los aceite se estudiados.

Como aceite de oliva refinado se eligieron dos variedades.

A) aceites de oliva refinado en la condicione estándares de presión y temperatura (E).

B) aceites de oliva desautorizado en condiciones de temperatura baja, denominado de ahora en adelante aceite desodorizado (D).

A partir de los aceite de oliva virgen extra de las variedades, A, H, P y Po y de los dos tipos de aceites refinados R y E, se obtuvieron una serie de mezclas binarias, en dichas mezclas los aceites refinados actúan como adulterantes de los vírgenes en porcentajes crecientes de 1, 2, 5, 10, 20, 40, 60, 80%.

Se seleccionaron porcentajes de adulteración bajos por una parte para representar el tipo de adulteración real y por otra ser capaces de ver hasta que punto un modelo discriminante basado en la tecnología NIR es capaz de clasificar correctamente muestras con porcentajes de adulteración bajos.

Tabla 1. Muestras de aceites elaboradas con adulterantes.

% de Aceite Refinado	Aceite de Oliva Virgen							
	PICUAL (PV)		HOJIBLANCA (HV)		PICUDO (Po)		ARBEQUINA (AV)	
	Mezclado con Aceite de Oliva Refinado							
	DESODORIZADO (D00)	REFINADO ESTND. (E00)	DESODORIZADO (D00)	REFINADO ESTND. (E00)	DESODORIZADO (D00)	REFINADO ESTND. (E00)	DESODORIZADO (D00)	REFINADO ESTND. (E00)
0	PV00		HV00		Po00		AV00	
1	PVD01	PVE01	HVD01	HVE01	PoVD01	PoVE01	AVD01	AVE01
2	PVD02	PVE02	HVD02	HVE02	PoVD02	PoVE02	AVD02	AVE02
5	PVD05	PVE05	HVD05	HVE05	PoVD05	PoVE05	AVD05	AVE05
10	PVD10	PVE10	HVD10	HVE10	PoVD10	PoVE10	AVD10	AVE10
20	PVD20	PVE20	HVD20	HVE20	PoVD20	PoVE20	AVD20	AVE20
40	PVD40	PVE40	HVD40	HVE40	PoVD40	PoVE40	AVD40	AVE40
60	PVD60	PVE60	HVD60	HVE60	PoVD60	PoVE60	AVD60	AVE60
80	PVD80	PVE80	HVD80	HVE80	PoVD80	PoVE80	AVD80	AVE80

En cuanto a los análisis químicos se analizaron 32 parámetros, de los cuales 23 están recogidos en el reglamento CE nº 2568/91, más polifenoles y K225, y el contenido en clorofila y caroteno para las cuatro muestras de aceite virgen y las dos de adulterantes puros.

Los espectros se obtuvieron mediante un espectrofotómetro Foss-NIRSystems 6500, con módulo de giro, empleando una capsula circular IH-345 con una ventana de 50 mm de diámetro y un paso óptico de 0.1 mm y fondo reflectante de aluminio, con 0.35 ml de muestra.

El intervalo de longitud de onda estudiado fue de 400 a 2500 nm, incluyendo por tanto las regiones del visible y NIR.

El tratamiento de los datos espectrales se realizó utilizando los programas del *WinISI II v. 1.50*, los cuales ofrecen una herramienta potente, tanto para el pretratamiento matemático de la señal como para el tratamiento estadístico de los datos, llevándose a cabo Análisis de Componentes Principales (ACP), Análisis Discriminante (AD) con MPLS y cálculo de ecuaciones de calibración.

RESULTADOS

La tabla 2, recoge los parámetros químicos, que en los seis aceites de partida estudiados presentan valores que o bien sobrepasan los límites reglamentarios (marcados en rojo), o muestran valores discordantes con los que presentan los aceites de oliva vírgenes (marcados en amarillo), en el caso de no estar reglamentados. En el caso del aceite D, no hay ningún parámetro reglamentado que lo distinga de un aceite de oliva virgen.

Tabla 2. Parámetros químicos más significativos, de los aceites de partida.

Parámetro \ Muestra	P-00	Po-00	A-00	H-00	R-00	D-00	Límite reg.
K ₂₇₀	0,13	0,09	0,10	0,14	0,32	0,10	≤ 0,22
Isómeros C18:1T	0,02	0,03	0,02	0,02	0,06	0,03	≤ 0,05
Isómeros C18:2T+C18:3T	0,01	0,01	0,01	0,01	0,09	0,01	≤ 0,05
3,5 Estigmastadienos	0,03	<0,01	<0,01	<0,01	9,87	0,04	≤ 0,15
Estigmasterol	0,6	0,8	0,8	0,8	1,3	1,2	≤ Camp.
K ₂₂₅	0,56	0,23	0,16	0,27	0,05	0,02	No reglamentado
Polifenoles totales	818,4	225	184,7	312,8	53	6,4	”
Clorofilas/Carotenos	1,115	1,020	0,900	0,666	1,812	2,051	”

La figura 1, muestra el espectro Vis-NIR, se señala la poca diferencia espectral que existe entre las muestras de aceites puros y los dos tipos de refinados, tal como ya se hacen notar en los datos químicos.

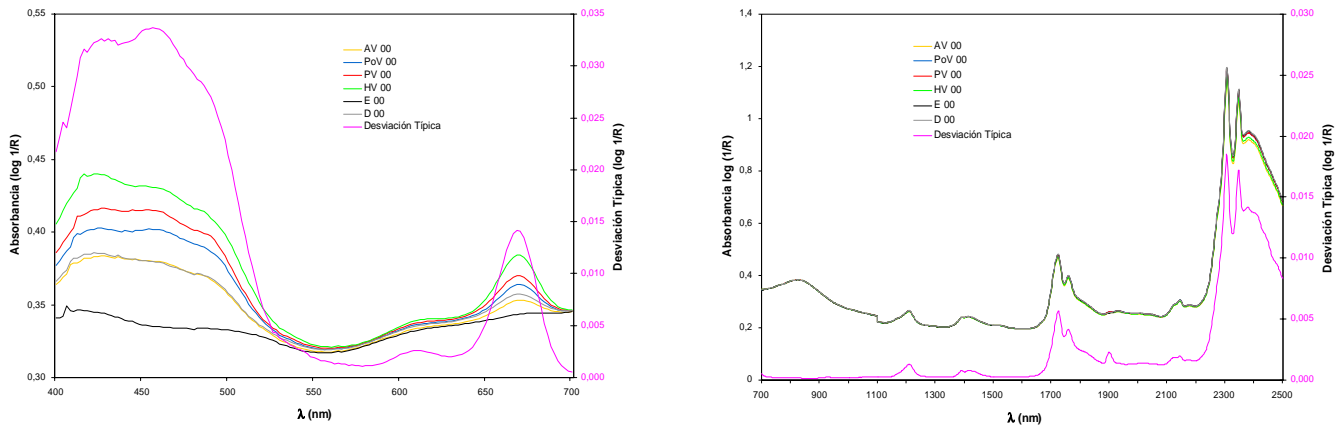


Figura 1. Espectros Vis (izquierda)-NIR (derecha) y desviación típica, de los aceites vírgenes puros y de los dos refinados.

Mediante ACP y con diferentes tratamientos de scatter y derivación, los aceites representados en la región de las tres primeras componentes principales, se colocan agrupadas en el que el principal rasgo diferenciador, es la variedad del aceite de oliva y como secundario se agrupan según el tipo y cantidad de aceite refinado presente en la mezcla.

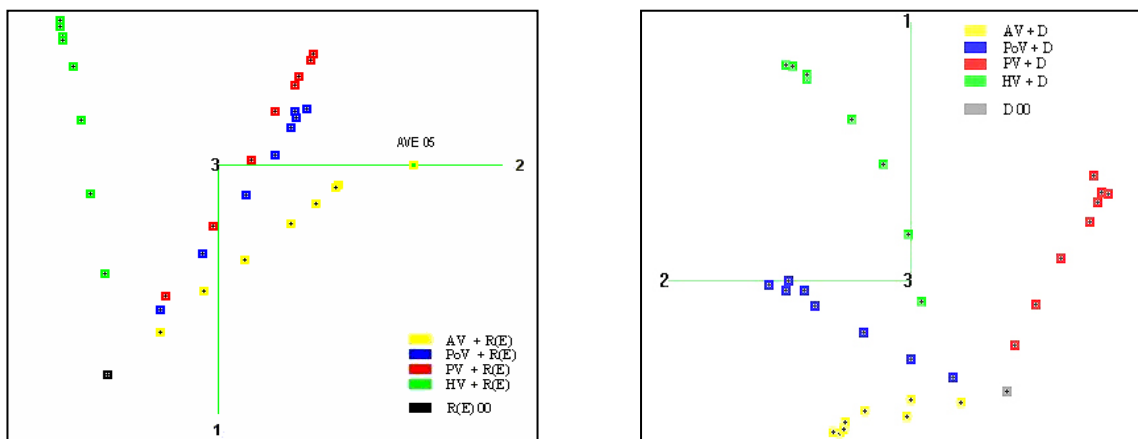


Figura 2. Representación en el espacio de las tres primeras componentes principales de las mezclas de aceites vírgenes con aceite refinado estándar (izquierda) y con aceite desodorizado (derecha).

CONCLUSIONES

A partir de los resultados obtenidos, en nuestra investigación, se puede concluir que los métodos de análisis físico-químicos recogidos en la legislación vigente, permiten detectar mezclas de aceites vírgenes con aceite refinado estándar, pero no mezclas de aceites vírgenes con aceite desodorizado.

Mediante ACP de los datos espectrales NIR, es posible diferenciar las adulteraciones de aceites de oliva vírgenes con aceites refinados.