

Quantitative evaluation of the aldehydes formed in heated vegetable oils using high resolution proton-NMR spectroscopy

R. SACCHI(1), L. FALCIGNO (2), A. PADUANO(1), M. L. AMBROSINO(1), M. SAVARESE(1),
B. DE GIULIO(3), F. ADDEO(1), L. PAOLILLO(2)

1) DIPARTIMENTO DI SCIENZA DEGLI ALIMENTI - UNIVERSITÀ DI NAPOLI FEDERICO II - FACOLTÀ DI AGRARIA – PORTICI - ITALY

2) DIPARTIMENTO DI CHIMICA - UNIVERSITÀ DI NAPOLI "FEDERICO II" - MONTE S. ANGELO - NAPOLI ITALY

3) ISTITUTO DI SCIENZE DELL'ALIMENTAZIONE - C.N.R - AVELLINO - ITALY

VALUTAZIONE QUANTITATIVA DELLE ALDEIDI NEGLI OLI VEGETALI RISCALDATI MEDIANTE SPETTROSCOPIA ^1H NMR

La spettroscopia ^1H NMR ad alta risoluzione (400-600 MHz) è stata applicata per l'analisi quantitativa dei prodotti di decomposizione degli idroperossidi in oli termossidati. Tre differenti oli (oliva, girasole e soia) sono stati riscaldati in un bagno termostato (180°C for 360 min). L'analisi ^1H NMR delle aldeidi (*n*-alkanali, *trans*-2-alkenali, 4-idrossi-*trans*-2-alkenali, alca-2,4-dienali) dei quindici campioni di olio prelevati a diversi intervalli di tempo (0, 60, 120, 240 e 360 minuti di riscaldamento) è stata comparata con l'analisi dei composti polari totali, valutati mediante cromatografia su colonna di silice, e l'analisi degli acidi grassi a corta catena. È stata trovata una buona relazione lineare ($R^2=0,94$) tra il totale delle aldeidi insature e del metil ottanoato così come tra le aldeidi totali ed i composti polari totali ($R^2=0,92$). La sensibilità dell'analisi NMR ottenuta su uno spettrometro a 400 MHz con 3000 scansioni è stata ottenuta con solo 64 scansioni, per un tempo totale di 2 minuti, utilizzando uno spettrometro a 600 MHz. Nel lavoro viene discussa la possibilità di poter utilizzare la spettroscopia ^1H -NMR come un mezzo diretto per valutare la qualità e la degradazione ossidativa di oli sottoposti a riscaldamento e oli utilizzati per la frittura.

Parole chiave: NMR, oli vegetali, ossidazione, aldeidi, componenti totali polari, HRGC, metil ottanoato

High-resolution proton nuclear magnetic resonance (^1H -NMR) spectroscopy (400-600 MHz) was applied to the quantitative analysis of hydroperoxide decomposition products in thermally oxidized oils. Different oils (olive, sunflower and soybean) were heated in a thermostatic bath (180°C for 360 min). Proton NMR quantitative aldehyde analysis (*n*-alkanals, *trans*-2-alkenals, 4-hydroxy-*trans*-2-alkenals, alka-2,4-dienals) of fifteen oil samples (0, 60, 120, 240 and 360 minute heating) was compared with that of total polar compounds through silica column chromatography and of short-chain fatty acids. A good linear relationship ($R^2=0,94$) was found between the unsaturated aldehyde level and the amount of methyl-octanoate as well as between total aldehyde determined by ^1H -NMR and total polar compounds ($R^2=0,92$). The same NMR sensitivity obtained at 400 MHz through 3000 scans was reached with only 64 scans for a total acquisition time of 2 min at 600 MHz. The potential use of ^1H -NMR as a direct tool to monitor the quality and oxidative degradation in heated and fried oils is discussed.

Keywords: NMR, vegetables oils, oxidation, aldehydes, total polar compounds, HRGC, methyl octanoate.

