مقاله علمی پژوهشی/ نشریه پژوهش‌های صنایع غذایی/ جلد ۳۱ شماره ۱/ سال ۱۴۰۰/ صفحات ۱۶۱ تا ۱۷۶

DOI: 10.22034/fr.2021.30913.1626

بررسی کیفیت انواع روغن‌های زیتون موجود در بازار براساس ویژگی‌های تعیین شده در استاندارد ملی ایران

مریم جلیلی[۱] و لادن رشیدی[۲*]

تاریخ دریافت: ۹۷/۹/۲۵ تاریخ پذیرش: ۹۸/۷/۲۰

[۱] استادیار، پژوهشکده صنایع غذایی و فرآورده‌های کشاورزی، پژوهشگاه استاندارد

[۲] دانشیار، پژوهشکده صنایع غذایی و فرآورده‌های کشاورزی، پژوهشگاه استاندارد

[*] مسئول مکاتبه: Email: l.rashidi@standard.ac.ir

چکیده

زمینه مطالعاتی: بر اساس استاندارد ملی ایران، روغن زیتون به انواع مختلفی تقسیم می‌شود. **هدف**: از این بررسی، تعیین و مقایسه ویژگی‌های انواع روغن زیتون (۴ نوع) عرضه شده در بازار بود. **روش کار**: ۱۸ نمونه انواع روغن زیتون شامل بکر درجه یک (۵ نمونه)، بکر معمولی (۳ نمونه)، پالایش شده (۵ نمونه) و روغن زیتون (۵ نمونه)، از سطح بازار مصرف جمع آوری و آزمون‌های فیزیکوشیمیایی و کیفی (شامل اسیدیته، پراکسید، رطوبت، ناخالصی نامحلول در پترولیوم سبک، ضریب خاموشی (K_{270}, K_{232}, Δk))، و آزمون‌های تعیین خلوص یا تعیین تقلب (شامل شناسایی و اندازه گیری ترکیب اسیدهای چرب سیس و ترانس، استرول ها، اریترودیول و اووائول و ۲- گلیسرول منوپالمیتات، میزان مواد غیر قابل صابونی، و $\Delta ECN\ 42$) بر روی آنها انجام شد. **نتایج**: نتایج نشان داد از بین ۱۸ نمونه، تعداد ۸ نمونه (۴۴٪) حداقل در یکی از ویژگی‌های مورد بررسی با استاندارد ملی ایران مطابقت نداشتند. بیشترین تعداد عدم انطباق در مقدار استرول‌ها مشاهده شد. در هیچ یک از نمونه‌ها اسیدهای چرب ترانس مشاهده نشد. **نتیجه گیری** به طور کلی، روغن‌های زیتون توزیع شده در بازار از کیفیت قابل قبولی برخوردار بودند. گرچه، ویژگی‌های مورد بررسی نمی توانستند با قطعیت روغن زیتون با کیفیت کمتر را از روغن زیتون با کیفیت بهتر (مورد بررسی در این تحقیق) تشخیص دهند و انجام آزمون های بیشتر مانند اندازه گیری مقدار موم و الکل‌های آلیفاتیک برای تعیین مقدار ناچیز اختلاط روغن تفاله زیتون و اندازه گیری استیگمااستا دی ان برای تعیین اختلاط با سایر روغن‌های گیاهی ضروری است. این پژوهش نشان داد تشخیص انواع روغن زیتون از یکدیگر امر دشواری است و نیاز است در این زمینه تحقیقات بیشتری انجام شود.

واژگان کلیدی: خلوص روغن، روغن زیتون، ویژگی‌های فیزیکی شیمیایی، ویژگی‌های کیفی

مقدمه

امروزه روغن زیتون به دلیل طعم و مزه مناسب و خواص تغذیه‌ای ارزشمند، به طور گسترده‌ای در جوامع مختلف تولید و مصرف می‌شود (ملدائو مارتینز و همکاران ۲۰۰۴). مهمترین جزء انواع روغن زیتون تری گلیسیریدهای آن هستند که بیش از ۹۸٪ کل وزن آن را

تشکیل می‌دهند. پروفایل اسید چرب روغن زیتون شامل اسیدهای چرب اشباع (حدود ۱۱٪)، اسیدهای چرب تک غیر اشباع، به ویژه اسید اولئیک که مهمترین ویژگی روغن زیتون در مقایسه با سایر روغن‌های گیاهی است، (حدود۸۰٪) و اسیدهای چرب چند غیر اشباعی (حدود ۹٪) است. علاوه بر این، روغن زیتون حاوی ترکیبات آنتی اکسیدانی و ضد التهابی مانند اسکوالن، فیتواسترول، توکوفرول ها، پلی فنول ها (با زیست دسترسی بالا)، ترکیبات معطر و رنگدانه ها است (رافهی و همکاران ۲۰۱۲ و هرنائز و همکاران ۲۰۱۵). این ترکیبات تأثیرات مهمی در سلامت بدن، ارزش تغذیه‌ای، خواص حسی و پایداری روغن دارند (کالوئا و همکاران ۲۰۰۷). روغن زیتون، بر اساس تعریف استاندارد ملی ایران شماره ۱۴۴۶، روغنی است، که با استفاده از روش مکانیکی، فقط از میوه درخت زیتون و بدون هیچ گونه عمل آوری شیمیایی (مانند استخراج با حلال، استریفیکاسیون مجدد و غیره) و بدون اختلاط با سایر روغن‌ها به دست آمده باشد و انواع آن شامل انواع بکر، تصفیه شده، معمولی و انواع روغن تفاله زیتون می‌باشند.

روغن زیتون بکر (گروه اول) به روغنی گفته می‌شود که به طریق مکانیکی و یا سایر روش‌های فیزیکی تولید می‌شود و دمای آن نباید تا حدی بالا برود که ویژگی‌های آن را تحت تاثیر قرار دهد. بر روی این روغن به جز شستشو، سانتریفیوژ کردن و صاف کردن، نباید فرآیند تصفیه دیگری انجام شود. روغن بکر خود به ۴ نوع روغن فرابکر، بکر درجه یک، بکر معمولی و لامپانت تقسیم می‌شود که در بین آنها فقط روغن لامپانت تصفیه می‌شود (سازمان ملی استاندارد،۱۳۹۰). در صورتی که عملیات تصفیه بر روی روغن زیتون بکر به گونه‌ای انجام شود که سبب تغییر در ساختار اولیه گلیسیریدی آن نشده باشد، روغن زیتون پالایش شده نامیده می‌شود. گروه سوم تحت نام "روغن زیتون" نامیده می‌شود و روغنی است که از مخلوط کردن روغن زیتون پالایش شده با انواع روغن‌های زیتون بکر به دست می آید، به گونه ای که اسیدیته آزاد آن بیشتر از 1 گرم در 100 گرم نباشد. علاوه بر آن، روغنی که به روش استخراج با حلال یا سایر روش‌های فیزیکی، به جز روغن‌های حاصل از استریفیکاسیون مجدد و اختلاط با سایر روغن‌ها، از تفاله زیتون به دست آمده روغن تفاله زیتون نامیده می‌شود که برای مصرف خوراکی انسان مجاز نمی‌باشد (سازمان ملی استاندارد ۱۳۹۵).

انواع روغن زیتون بکر، به دلیل طعم مطلوب و خواص تغذیه ای مناسب، از سایر روغن‌ها گرانتر هستند به همین دلیل گاهی تولید کنندگان و فروشندگان اقدام به تولید روغن تقلبی می‌کنند که از آن جمله می‌توان به مخلوط کردن روغن زیتون با روغن حاصل از میوه‌های زیتون نامناسب و بی کیفیت و یا روغن‌های ارزان قیمت‌تر مانند روغن آفتابگردان با اسید اولئیک بالا و سویا اشاره نمود (مورنو و همکاران ۲۰۰۳).

با این حال تشخیص روغن اضافه شده به روغن زیتون معمولاً به آسانی انجام نمی‌شود، زیرا گاهی روغن اضافی را طوری انتخاب می‌کنند که هیچ تغییری در شاخص‌ها (عدد یدی، عدد صابونی، تغییر ضریب شکست نور) به وجود نیاید (پاشائی و شواخی ۱۳۹۶).

اخیراً در میان مصرف کنندگان و سازمان‌های قانونگذار این سوء ظن وجود دارد که در برخی موارد، تولید کنندگان به منظور افزایش سود خود، روغن زیتون بکر معمولی و یا حتی تصفیه شده را به عنوان روغن فرابکر یا بکر درجه یک برچسب گذاری نموده و وارد بازار می‌نمایند. یک تحقیق جامع در مورد تقلب در انواع مواد غذایی طی ۳۰ سال انجام شده و نشان داد که بیشترین میزان تقلب از نظر تعداد و تنوع مربوط به روغن زیتون بود. در این تحقیق از مقالات علمی منتشر شده طی سال‌های ۱۹۸۰ تا ۲۰۱۰ استفاده شده بود (مور و همکاران ۲۰۱۲). بنابراین، موسسات بین المللی استانداردسازی مواد غذایی و مراجع قانون گذار در کشورها باید به دنبال دست یافتن به روش‌هایی برای تشخیص انواع تقلبات در روغن زیتون باشند.

هدف از این تحقیق، بررسی ویژگی‌های انواع روغن‌های زیتون بکر (شامل بکر درجه یک، بکر معمولی)، تصفیه شده و روغن زیتون در بازار ایران بود تا ضمن

بررسی کیفیت آنها، کفایت آزمون‌ها را نیز در تشخیص انواع روغن زیتون از یکدیگر ارزیابی نمود.

مواد و روش‌ها

نمونه برداری

تعداد ۱۸ نمونه روغن زیتون از بازار مصرف تهیه شد که شامل ۵ نمونه بکر درجه یک، ۳ نمونه بکر معمولی، ۵ نمونه پالایش شده و ۵ نمونه روغن زیتون بود (جدول ۱). نمونه‌ها به آزمایشگاه انتقال داده شده و تا زمان انجام آزمون در یخچال (دمای ۴ درجه سلسیوس) نگهداری شدند. هر نمونه سه بار آزمون شد و نتایج بر اساس "میانگین و انحراف استاندارد" گزارش شد.

جدول ۱- انواع ۱۸ روغن زیتون مورد بررسی شامل بکر درجه یک، بکر معمولی، پالایش شده و روغن زیتون

Table 1- Types of 18 olive oil studied including virgin, ordinary virgin, refined and olive oil

Province	Type of oil	Sample code	Province	Type of oil	Sample code
East Azerbaijan	refined	12	Tehran	virgin	18
West Azerbaijan	refined	34	Tehran	virgin	27
East Azerbaijan	refined	42	Tehran	virgin	37
East Azerbaijan	refined	44	Tehran	virgin	38
West Azerbaijan	Olive oil	14	East Azerbaijan	virgin	49
Rasht	Olive oil	17	Mazandaran	Ordinary virgin	29
Tehran	Olive oil	21	East Azerbaijan	Ordinary virgin	43
Tehran	Olive oil	24	West Azerbaijan	Ordinary virgin	50
Tehran	Olive oil	25	East Azerbaijan	refined	10

اندازه گیری ویژگی‌های فیزیکو شیمیایی وکیفی

ویژگی‌های فیزیکو شیمیایی و کیفی شامل اسیدیته، پراکسید، رطوبت و ناخالصی نامحلول بر اساس استانداردهای ملی به شماره‌های ۴۱۷۸، ۴۱۷۹، ۴۲۹۱، ۴۰۹۵ اندازه گیری شدند . ضریب خاموشی (K_{232}) و K_{270}، به ترتیب، از روی میزان جذب در طول موجهای ۲۳۲ و ۲۷۰ نانومتر با استفاده از دستگاه اسپکتروفتومتر (EU 2200، ONLAB) و تهیه محلول ۱٪ روغن در سیکلوهگزان و سل ۱ سانتی، بر اساس استاندارد ملی شماره ۱۰۵۰۳ اندازه گیری شد (۱۳۹۵).

ویژگی‌های تعیین خلوص

اندازه گیری اسیدهای چرب

تعیین اسیدهای چرب بر اساس روش استاندارد شماره ۱۳۱۲۶-۱ (۱۳۹۵) انجام شد. نمونه‌های روغن در محلول متانول ۲ نرمال به مدت ۳۰ دقیقه در دمای ۵۰ درجه سلسیوس استریفیه و متیل استر اسیدهای چرب با استفاده از روش کروماتوگرافی تعیین شدند. دستگاه کروماتوگرافی گازی (مدل GC-Yung Lin 6500) مجهز به دتکتور یونیزاسیون شعله‌ای (FID) بود.

ستون کروماتوگرافی از نوع مویینه به ابعاد (۰/۲۵μm ×۰/۲۵mm×۱۰۰m) بود. از گاز نیتروژن به عنوان گاز حامل و با سرعت ۴ میلی‌لیتر بر دقیقه استفاده شد. برنامه دمایی ستون به این ترتیب بود که در ابتدا دما به مدت ۱۰ دقیقه روی ۱۴۰ درجه سلسیوس تنظیم و پس از آن در هر دقیقه یک درجه افزایش یافت تا به دمای ۱۶۰ درجه سلسیوس رسید. سپس در هر دقیقه دو درجه افزایش داده شد تا به دمای ۲۲۰ درجه سلسیوس رسید و به مدت ۱۵ دقیقه در این دما قرار گرفت. دماهای آشکارساز و آون، به ترتیب، بر روی ۳۰۰ و ۱۷۵ درجه سلسیوس تنظیم شد. سرعت گاز هیدروژن ۳۰ و سرعت هوا ۳۰۰ میلی‌لیتر بر دقیقه بود. مقدار ۱ میکرولیتر از نمونه به ستون تزریق شد. پیک های حاصل از کروماتوگرافی گازی بر اساس زمان بازداری و ترتیب خروج از ستون با متیل استر اسید چرب مربوط که از استاندارد خالص به دست آمده بود، مطابقت داده شدند. نتایج بر اساس درصد سطح زیر هر پیک نسبت به کل سطح زیر پیک ها بیان شدند.

تعیین مقدار عدد کربن معادل (ΔECN 42)

اختلاف مطلق بین میزان واقعی تری آسیل گلیسرول‌ها با عدد کربن معادل ۴۲ (ECN42HPLC)، که با استفاده از دستگاه کروماتوگرافی مایع با کارآیی بالا (HPLC) به دست می آید و میزان تئوری آنها با عدد کربن معادل ۴۲ (ECN42theoretical)، که از ترکیب اسید چرب محاسبه می‌شود، بر اساس استاندارد ملی ایران به شماره ۱۷۳۷۹ تعیین شد. جداسازی ترکیبات تری گلیسریدی با استفاده از دستگاه HPLC مدل یانگ لین (ساخت کره جنوبی) مجهز به ستون RP-C18 با ابعاد 250 mm×4.6 mm×5 µm و آشکارساز RI انجام شد. حلال ها استون و استونیتریل به نسبت ۵۰:۵۰ (حجمی/حجمی) بوده و دمای ستون در ۴۵ درجه سلسیوس تنظیم شد. سرعت عبور جریان حلال از ستون ۱ میلی‌لیتر بر دقیقه بود.

اندازه گیری ۲- گلیسرول منوپالمیتات

۲-گلیسرول مونوپالمیتات بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۱۴۶۵۷ و با استفاده از دستگاه کروماتوگرافی گازی، مجهز به آشکارساز یونیزاسیون شعله (FID)، اندازه گیری شد. ستون کروماتوگرافی مورد استفاده از نوع DB-5 با ابعاد (۱۵ m×۰/۲۵ mm×۰/۵۳ mµ) بود. گاز هیدروژن با شدت جریان ۳۶ سانتی متر بر ثانیه به عنوان گاز حامل به کار برده شد. سیستم تزریق، شکافته (دوقسمتی) با نسبت ۱ به ۱۰، دمای تزریق و شناساگر به ترتیب، ۲۸۰ و ۳۰۰ درجه سلسیوس بود. برنامه دمایی به نحوی تنظیم شد که ابتدا به مدت ۱ دقیقه در ۶۰ درجه سلسیوس قرار گرفت و سپس دما ابتدا با سرعت ۱۵ درجه سلسیوس بر دقیقه به ۱۸۰ درجه و سپس با سرعت ۵ درجه سلسیوس بر دقیقه به دمای ۳۴۰ درجه سلسیوس رسید. حجم تزریق ۱ میکرولیتر بود.

اندازه گیری نوع و مقدار استرول ها و تری ترپن دی الکل‌ها

تعیین میزان استرول تام، استرول‌های خاص (شامل کلسترول، براسیکا استرول، ارگستروول، ۲۴- متیلن کلسترول، کمپسترول، کمپستانول، استیگمااسترول، دلتا ۷ -کمپسترول، دلتا ۵ و ۲۳- استیگمادی انول، دلتا ۷، استیگمااستنول و دلتا ۷ -اوناسترول) و تری ترپن دی الکل‌ها (اریترودیول و اوائول) در روغن زیتون براساس استاندارد ملی ایران شماره ۱۶۳۲۴ انجام شد. ستون گاز کروماتوگرافی (Supelco، Darmstadt)، به طول ۳۰ متر و ابعاد (۰/۲۵ mm ×۰/۲۵µm)، مجهز به آشکارساز یونیزاسیون شعله (FID)، گاز حامل هیدروژن و شدت جریان آن ۳۶ سانتی متر بر ثانیه، سیستم تزریق شکافت (دوقسمتی) با نسبت ۱ به ۲۰ و دمای تزریق و آشکارساز ۳۲۰ درجه سلسیوس بود. برنامه دمایی روی ۲۴۰ درجه سلسیوس تنظیم شد و سپس هر دقیقه ۴ درجه سلسیوس افزایش داده شد تا به دمای نهایی ۲۵۵ درجه سلسیوس برسد. مقدار ۱ میکرولیتر از نمونه آماده شده به دستگاه تزریق شد. مقادیر به دست آمده از کروماتوگرام ها به صورت نسبت سطح زیر هر پیک به مجموع سطوح تمامی پیک‌ها و بر حسب درصد بیان شد.

اندازه گیری مقدار مواد غیر قابل صابونی

مواد غیر قابل صابونی بر اساس استاندارد ملی ایران به شماره ۴۰۹۷ اندازه گیری شد (۱۳۷۶).

روش‌های آماری

ویژگی‌های چهار گروه روغن (بکر درجه یک، بکرمعمولی، پالایش شده و روغن زیتون) با استفاده از آنالیز و واریانس (ANOVA) یک سویه و آزمون توکی مقایسه شد. احتمال $p<۰/۰۵$ به عنوان سطح معنی داری تعیین شد. تجزیه و تحلیل آماری با استفاده از نسخه شماره ۱۷ نرم افزار minitab انجام شد. اختلاف معنی دار فقط برای آن دسته از ویژگی‌ها که حد مجاز آنها در استاندارد ملی، برای نمونه‌های مورد بررسی در این تحقیق تفاوت دارد (شامل اسیدیته، پراکسید، اسیدهای چرب ترانس، رطوبت و مواد فرار، ناخالصی نامحلول در اتر، K_{270}، ΔK و $\Delta ECN\ 42$)، اندازه گیری شد. در مورد هر ویژگی در صورتی که اختلاف بین گروه‌ها معنی دار بود، نتیجه گرفته می شد که احتمال دارد آن ویژگی بتواند به عنوان شاخصی برای تشخیص انواع روغن‌های مورد بررسی در این تحقیق از یکدیگر و یا

تشخیص تقلب ناشی از فروش روغن زیتون با کیفیت کمتر به جای روغن زیتون با کیفیت بیشتر قرار گیرد.

یافته‌ها و بحث

در ۱۸ نمونه از انواع روغن زیتون جمع آوری شده ویژگی‌های کیفی (اسیدیته، پراکسید، رطوبت، ناخالصی‌های نامحلول در پترولیوم سبک، ضریب خاموشی (K_{270} و K_{232} و Δk) و ویژگی‌های تعیین خلوص (ترکیب اسیدهای چرب سیس و ترانس، ترکیب استرول‌ها، استرول تام، تری ترپن دی الکل‌ها (اریترودیول و اووائول)، $\Delta ECN\ 42$، ۲-گلیسریل منو پالمیتات، مواد غیرقابل صابونی) اندازه گیری شدند تا ضمن بررسی وضعیت کیفی روغن‌های زیتونی که به دست مصرف کننده می‌رسد، از طریق مقایسه بین ویژگی‌ها، قابلیت آزمون‌ها برای تشخیص تقلب ناشی از فروش روغن زیتون با کیفیت کمتر به جای روغن زیتون با کیفیت بالا (مانند بکر درجه یک) ارزیابی شود. نتایج نشان داد از بین ۱۸ نمونه، تعداد ۸ نمونه (۴۴٪) حداقل در یکی از ویژگی‌ها با استاندارد شماره ۱۴۴۶ مطابقت نداشتند (۱۳۹۰).

ویژگی‌های کیفی

نتایج حاصل از اندازه گیری عدد اسیدیته

مقدار اسیدیته نمونه‌های مورد بررسی در این تحقیق در جدول شماره ۲ نشان داده شده است. چنانکه مشاهده می‌شود از بین ۱۸ نمونه آزمایش شده، مقدار اسیدیته در ۴ نمونه (حدود ۲۲٪) از حدود تعیین شده در استاندارد ملی ۱۴۴۶ بیشتر بود که شامل دو نمونه روغن پالایش شده (که طبق استاندارد ملی مقدار اسیدیته باید حداکثر ۰/۳٪ باشد) و دو نمونه روغن زیتون (که طبق استاندارد ملی مقدار آن باید حداکثر ۱٪ باشد) است. اسیدیته یکی از معیارهای مهم در طبقه بندی انواع روغن زیتون است. این ویژگی نشان دهنده کیفیت میوه مورد استفاده برای تولید روغن و مناسب بودن شرایط تولید آن است. یکی از دلایل افزایش اسیدیته، فعال شدن آنزیم‌ها در اثر صدمه به میوه زیتون است (زگان و همکاران ۲۰۱۵). برخی از انواع روغن زیتون، بر اساس مقدار اسیدیته از هم متمایز می‌شوند (سالوادور و همکاران ۲۰۰۰). به عنوان مثال در استاندارد ملی ایران به شماره ۱۴۴۶، در روغن فرابکر اسیدیته حداکثر ۰/۸ درصد تعیین شده است در حالیکه در روغن بکر معمولی حداکثر ۳/۳ درصد است. چنانکه در جدول شماره ۶ دیده می‌شود، مقدار اسیدیته در بین ۴ گروه روغن زیتون مورد بررسی اختلاف معنی داری نداشت ($p>0/05$). به نظر می رسد این آزمون بیشتر برای تشخیص روغن زیتون فرابکر از سایر انواع روغن زیتون اهمیت دارد. بنابراین، اگر انواع مختلف روغن زیتون با هم مخلوط شوند و/ یا اینکه روغن با کیفیت کمتر به جای روغن بکر وارد بازار شود، بر اساس مقدار اسیدیته نمی توان این تقلب را تشخیص داد.

نتایج حاصل از اندازه گیری عدد پراکسید

مقادیر حاصل از اندازه گیری عدد پراکسید نمونه‌ها در جدول شماره ۲ نشان داده شده است. طبق استاندارد ملی ۱۴۴۶ (۱۳۹۵)، میزان پراکسید در انوع روغن زیتون بکر نباید از ۲۰ میلی اکی والان اکسیژن در هر کیلوگرم روغن بیشتر باشد. در این بررسی، حداکثر مقدار پراکسید در نمونه‌های بکر ۱۷/۲۵ میلی اکی والان اکسیژن در هر کیلوگرم روغن بود. عدد پراکسید همه نمونه‌های پالایش شده از حد مجاز تعیین شده در استاندارد ملی ۱۴۴۶ (حد تعیین شده: ۵ میلی اکی والان گرم اکسیژن بر کیلوگرم روغن) کمتر بود.

فقط در یک نمونه روغن زیتون مقدار عدد پراکسید از حد استاندارد ملی ایران به شماره ۱۴۴۶ (۱۵ میلی اکی والان گرم اکسیژن بر کیلوگرم روغن) بیشتر بود. به طور کلی نمونه‌ها از نظر مقدار پراکسید در وضعیت مطلوبی قرار داشتند. در انواع روغن زیتون بکر مقدار عدد پراکسید بیشتر بود. بین نمونه‌ها از نظر عدد پراکسید (بین روغن زیتون بکر با روغن زیتون و روغن تصفیه شده) تفاوت معنی داری وجود داشت (جدول ۶). احتمالاً مقدار عدد پراکسید می تواند به لحاظ کیفی در تشخیص روغن زیتون بکر از سایر روغن‌های زیتون

بکر به کار رود. گرچه برای اظهار نظر قطعی در این مورد به تحقیقات بیشتری نیاز است.

نتایج حاصل از اندازه گیری رطوبت و مواد فرار

نتایج حاصل از اندازه گیری مقدار رطوبت و مواد فرار در نمونه‌ها در جدول شماره ۲ نشان داده شده است. طبق استاندارد ملی ۱۴۴۶ مقدار رطوبت در انواع روغن زیتون بکر حداکثر ۰/۲ و در روغن زیتون پالایش شده و روغن زیتون حداکثر ۰/۳ درصد است. همه نمونه‌ها از نظر مقدار رطوبت و مواد فرار با استاندارد ملی ۱۴۴۶ مطابقت داشتند. بین ۴ گروه روغن مورد بررسی از نظر رطوبت اختلاف معنی داری وجود نداشت.

جدول ۲- ویژگی‌های فیزیکو شیمیایی و کیفی ۱۸ نمونه روغن زیتون مورد بررسی (بکر درجه یک، بکر معمولی، پالایش شده و روغن زیتون) (Mean±SD)

Table 2- Physicochemical and qualitative characteristics of 18 samples of olive oil studied (virgin, ordinary virgin, refined and olive oil)

Absorbency In UV 270 nm	Δk	Insoluble impurities (%m/m)	Moisture and volatile matter (% m/m)	Peroxide, (MeQ. Peroxide O2/kg oil)	Acidity (g oleic acid/100g)	Sample code
0.2±0.05	0.006±0.001	0.32±0.015	0.08±0.01	10.0±1.4	1.30±0.1	18
0.22±0.08	0.008±0.00	0.044±0.018	0.07±0.01	6.8±0.2	1.55±0.2	27
0.24±0.01	0.007±0.002	0.054±0.013	0.05±0.00	9.0±0.45	0.21±0.08	37
0.2±0.00	0.007±0.00	0.06±0.006	0.08±0.02	7.7±0.6	0.31±0.05	38
0.23±0.06	0.005±0.00	0.08±0.01	0.1±0.03	16.0±0.75	1.64±0.33	49
0.23±0.045	0.007±0.00	0.043±0.008	0.06±0.03	13.8±0.5	1.12±0.09	29
0.29±0.007	0.006±0.002	0.033±0.017	0.09±0.03	13.8±2.1	1.4±0.4	43
0.22±0.05	0.005±0.001	0.061±0.014	0.02±0.01	17.6±0.9	1.74±0.2	50
0.7±0.15	0.04±0.03	0.037±0.006	0.045±0.01	3.4±0.4	0.04±0.01	10
0.28±0.17	0.07±0.02	0.036±0.004	0.036±0.008	0.41±0.1	1.19±0.28	12
0.81±0.23	0.09±0.026	0.04±0.01	0.089±0.01	4.47±0.33	0.4±0.1	34
0.21±0.09	0.06±0.02	0.056±0.01	0.027±0.006	2.9±0.5	0.08±0.02	42
0.25±0.08	0.07±0.01	0.03±0.008	0.058±0.007	0.98±0.1	0.08±0.01	44
0.27±0.13	0.005±0.03	0.06±0.00	0.05±0.02	17.7±1.1	1.7±0.2	14
0.59±0.27	0.08±0.00	0.22±0.06	0.06±0.01	6.24±0.54	0.53±0.06	17
0.85±0.15	0.09±0.025	0.048±0.014	0.04±0.00	1.72±0.23	0.07±0.01	21
0.62±0.26	0.06±0.015	0.044±0.007	0.04±0.02	0.09±0.03	1.76±0.35	24
0.74±0.09	0.08±0.01	0.048±0.014	0.04±0.01	1.34±0.42	0.05±0.01	25

نتایج حاصل از اندازه گیری ناخالصی‌های نامحلول در پترولیوم سبک

نتایج حاصل از تعیین مقدار ناخالصی‌های نامحلول در پترولیوم سبک در جدول شماره ۲ نشان داده شده است. مقدار ناخالصی نامحلول بر اساس استاندارد ملی (۱۴۴۶)، در انواع روغن زیتون بکر نباید از ۰/۱٪ و در روغن پالایش شده و روغن زیتون نباید از ۰/۰۵٪ بیشتر باشد. در این بررسی، در دو نمونه روغن زیتون و یک نمونه روغن پالایش شده مقدار این ویژگی از حد استاندارد ملی ۱۴۴۶ بیشتر بود (جدول ۲). در بین ۴ گروه روغن مورد بررسی از نظر مقدار ناخالصی‌های نامحلول اختلاف معنی داری وجود نداشت ($p>0/15$).

نتایج حاصل از اندازه گیری مواد غیر قابل صابونی

مواد غیر قابل صابونی در همه نمونه‌ها بین ۰/۷۱ تا ۱/۸۲ گرم بر کیلوگرممتغیر بوده و بسیار کمتر از حد مجاز آن (۱۵ گرم بر کیلوگرم) در استاندارد ملی ۱۴۴۶ بود (جدول ۵). مقادیر مواد غیر قابل صابونی در بیشتر روغن‌ها و چربیهای گیاهی حدود۰/۳٪ تا ۱/۵٪ است. و این ویژگی بیشتر برای تشخیص تفاله در روغن زیتون به کار می‌رود. حد مجاز مواد غیر قابل صابونی در روغن تفاله زیتون۳۰ گرم بر کیلوگرم تعیین شده است.

نتایج حاصل از اندازه گیری ضریب خاموشی

مقادیر حاصل از اندازه گیری ضریب خاموشی نمونه ها در دو طول موج مختلف ۲۷۰ و ۲۳۲ نانومتر در جدول شماره ۲ نشان داده شده است. حد مجاز K_{270} در انواع روغن‌های زیتون بکر درجه یک، بکر معمولی،

پالایش شده و روغن زیتون به ترتیب، ۰/۲۵، ۰/۳، ۱/۱ و ۰/۹ تعیین شده است. همه نمونه‌ها از نظر مقدار ضریب خاموشی (K_{270}) با استاندارد ملی ۱۴۴۶ مطابقت داشتند، به عبارتی از نظر میزان اکسیداسیون کیفیت مناسبی داشتند. در این بررسی جذب در طول موج ۲۳۲ نانومتر فقط برای نمونه‌های بکر درجه یک اندازه گیری شد که مقدار آن بین ۰/۲۵±۰/۰۵ تا ۲/۳±۰/۶ متغیر و در محدوده استاندارد ملی شماره ۱۴۴۶ بود (حداکثر ۲/۶). این ویژگی در سایر روغن‌های مورد بررسی در این تحقیق (بکر معمولی، تصفیه شده و روغن زیتون) اندازه گیری نمی‌شود (استاندارد ملی ایران شماره ۱۴۴۶).

به طور کلی، کیفیت روغن را می توان بر اساس دامنه جذب آن در طول موج‌های ۲۰۰ تا ۳۰۰ نانومتر اندازه گیری نمود. وجود پیک در این ناحیه نشانه جود ترکیبات دی ان و تری ان کونژوگه است که به دلیل اکسیداسیون روغن‌ها و چربی‌ها ایجاد می‌شوند. بنابراین این شاخص برای اندازه گیری اکسیداسیون روغن حساس تر است. جذب در ۲۳۲ و ۲۷۰ نانومتر، به ترتیب، با K_{232} (نشان دهنده اسیدهای چرب چند غیر اشباعی کونژوگه) و K_{270} (نشان دهنده وجود ترکیبات کربونیلیک مانند آلدئیدها و کتون‌ها) نمایش داده می‌شوند (نورعلی و همکاران ۲۰۱۴).

مقدار Δk به دست آمده برای نمونه‌ها در جدول شماره ۲ نشان داده شده است. همه نمونه‌ها از نظر این ویژگی با حدود تعیین شده در استاندارد ملی شماره ۱۴۴۶ مطابقت داشتند. نتایج آماری (جدول ۶) نیز نشان داد که بین نمونه‌های روغن زیتون بکر (درجه یک و معمولی) با روغن‌های تصفیه شده و زیتون از نظر مقدار Δk اختلاف معنی داری وجود دارد ($p<۰/۰۵$). گرچه، اختلاف بین روغن زیتون بکر درجه یک و بکر معمولی و همچنین اختلاف بین روغن زیتون تصفیه و روغن زیتون معنی دار نبود. بر اساس استاندارد ملی ۱۴۴۶ نیز حد قابل قبول Δk برای انواع روغن زیتون بکر یکسان و حداکثر ۰/۰۱ و برای روغن زیتون پالایش شده و روغن زیتون، به ترتیب، ۰/۱۶ و ۰/۱۵ است.

بولکرون و همکاران در سال ۲۰۱۷ گزارش کردند، که مقدار K_{232} طی پیشرفت دوران رسیدگی میوه زیتون کاهش می یابد، در حالی که دسوکی و همکاران در سال ۲۰۰۹ گزارش کردند که مقدار آن طی دوران رسیدگی میوه زیتون افزایش خواهد یافت.

از سوی دیگر، بولکرون اظهار نمود که K_{270} که نمایانگر اکسیداسیون ثانویه است، اندکی طی دوران رسیدگی میوه زیتون کاهش می‌یابد، اما این کاهش چشمگیر نیست و قابل اغماض است. این بررسی نشان داد که مقدار Δk احتمالاً می تواند برای تشخیص روغن زیتون بکر از دو نوع دیگر به کار رود، اما نمی تواند برای تشخیص روغن زیتون تصفیه از روغن زیتون و یا تشخیص روغن بکر معمولی از بکر درجه یک به کار رود. اظهار نظر قطعی در این مورد نیازمند مطالعات بیشتری است.

ویژگی‌های تعیین خلوص

نتایج حاصل از اندازه گیری و تعیین ترکیب اسیدهای چرب

مقادیر مربوط به ترکیب اسیدهای چرب نمونه‌های روغن مورد بررسی (C16 تا C20) در جدول شماره ۳ نشان داده شده است. در همه انواع روغن‌های مورد بررسی، اولئیک و پس از آن پالمیتیک اسید فراوان‌ترین اسید چرب بودند. پس از آنها لینولئیک و استئاریک اسید قرار داشتند. بیشترین میانگین اولئیک اسید (۷۲/۲±۰۴/۲) مربوط به روغن زیتون تصفیه شده بود. اسید چرب میریستیک (C14:0)، در هیچ یک از نمونه‌ها مشاهده نشد. در همه نمونه‌ها، مقدار اسیدهای چرب بهینیک (C22:0) و لیگنوسریک (C24:0) از حد غیر قابل تشخیص تا حداکثر ۰/۲ متغیر بود. اسیدهای چرب ترانس نیز در هیچ یک از نمونه‌ها تشخیص داده نشد. تمامی نمونه‌های مورد بررسی (۱۰۰٪) از نظر میزان اسیدهای چرب با استاندارد ملی (۱۴۴۶) مطابقت داشتند. نتایج این بررسی با نتایج حاصل از تحقیقات سایر پژوهشگران (ماتائوس و همکاران ۲۰۱۱) در این زمینه مطابقت داشت.

به طور کلی، نوع و حدود اسیدهای چرب در همه انواع روغن‌ها و چربی‌ها مشخص شده است به همین دلیل معمولاً به عنوان شاخصی برای تعیین تقلب و تعیین اصالت روغن به شمار می‌روند. گرچه، گستره وسیع آنها در روغن‌هایی که در آنها تقلب می‌شود و روغن‌هایی که به منظور تقلب به کار می‌روند، اسیدهای چرب را برای این منظور نامناسب می سازد (ال- حمدی ۱۹۹۵).

لوپز کورتس و همکاران در سال ۲۰۱۳، میزان پالمیتیک اسید را در هشت واریته اسپانیایی بین ۹/۸۴٪ الی ۱۸٪/۴۴ گزارش کردند که با نتایج حاصل از این پژوهش مطابقت داشت.

بودور بنراچو و همکاران در سال ۲۰۱۷ اسیدهای چرب را در شش رقم زیتون بومی، از غرب و جنوب الجزایر بررسی کردند. نتایج این بررسی اختلاف جزیی در پروفایل اسید چرب نشان داد. در یک بررسی تعیین نوع و مقدار اسیدهای چرب قادر به تشخیص روغن زیتون تقلبی که به آن ۲۰٪ روغن آفتابگردان اضافه شده بود، نبود (اسکوین و همکاران ۲۰۱۱). مندوزا و همکاران در سال ۲۰۱۳، افزایش محتوای اولئیک اسید روغن‌های زیتون اسپانیایی را طی سه مرحله رسیدگی (از ۶۹/۴٪ تا ۷۱/۶٪) گزارش کردند. در نتایج این پژوهش روند تغییر میزان اولئیک اسید به شدت وابسته به رقم و شرایط آب و هوایی بود.

ترکیب اسید چرب روغن زیتون تحت تاثیر عوامل مختلفی مانند نوع میوه، رسیدگی میوه، شرایط جغرافیایی و دوره برداشت قرار می‌گیرد (ماتائوس و همکاران ۲۰۱۱). در یک بررسی، سیماتو (۱۹۹۰) گزارش کرد که شرایط محیطی بیشترین تاثیر را بر اسید های چرب روغن زیتون دارد. امروزه برخی از دانه های روغنی دارای ترکیب اسید چرب اصلاح شده هستند که بسیار شبیه روغن زیتون است. از سوی دیگر حد استاندارد آنها برای انواع روغن زیتون (بکر، تصفیه شده، تفاله و غیره) یکسان است بنابراین برای تعیین تقلب فروش روغن زیتون بی کیفیت به جای روغن مرغوب، به ویژه زمانی که روغن زیتون بکر یا فرابکر با روغن زیتون پالایش شده یا لامپانت ادغام شده باشد، نمی توان از پروفایل اسید چرب استفاده نمود. از این رو، لازم است که این روش همراه با ویژگی‌های دیگر مانند اسیدهای چرب ترانس، موم، الکل‌های آلیفاتیک، و اریترو دی ای و اووائول به کار برده شود.

اسیدهای چرب ترانس در دمای تقریبا ۱۹۰ درجه سلسیوس تشکیل می‌شوند که در فرایند پالایش طی بی بو سازی رخ می دهد. بنابراین، شناسایی اسیدهای چرب ترانس برای تشخیص روغن زیتون تصفیه نشده از سایر روغن‌های تصفیه شده و همچنین روغن تفاله زیتون مناسب است (اسکوین و همکاران ۲۰۱۱). بر اساس استاندارد ملی ایران (۱۴۴۶) میزان اسیدهای چرب ترانس C18:1 و C18:2+C18:3 در انواع روغن زیتون بکر (فرابکر، بکر درجه یک و بکر معمولی) نباید از ۰/۰۵ درصد و در روغن‌های تصفیه شده و روغن زیتون از ۰/۲ درصد (برای C18:1) و ۰/۳ درصد (برای C18:2+C18:3) بیشتر باشد. در هیچ یک از نمونه‌های مورد بررسی در این تحقیق اسیدهای چرب ترانس شناسایی نشدند. بنابراین احتمالاً عملیات تصفیه در روغن زیتون پالایش شده در این بررسی تحت شرایط ملایم (درجه حرارت پایین، غلظت کم خاک رنگبر) انجام شده است که مانع تشکیل اسیدهای چرب ترانس می‌شود. از این موضوع همچنین می‌توان نتیجه گرفت که از روی میزان اسیدهای چرب ترانس نمی توان با قطعیت، روغن زیتون بکر را از روغن تصفیه شناسایی نمود و انجامً آزمون‌های تکمیلی مانند اندازه‌گیری استیرن یا استیگما استادی‌ان برای شناسایی روغن‌های تصفیه شده و ادغام شده با روغن زیتون بکر و فرابکر الزامی است.

جدول ۳- درصد اسیدهای چرب موجود در ۴ نوع روغن زیتون بکر درجه یک، بکر معمولی، پالایش شده و روغن زیتون

Table 3- Percentage of fatty acids in 4 types of virgin olive oil, ordinary virgin, refined and olive oil

free fatty acid content (% m/m Methyl Esters) (Mean±SD)										Sample code
C20:1	C20:0	C18:3	C18:2	C18:1	C18:0	C17:1	C17:0	C16:1	C:16	
0.4±0.08	0.6±0.1	0.7±0.05	9.0±1.2	65.8±1.8	2.5±0.2	0.2±0.08	0.2±0.00	1.2±0.1	17.6±0.2	18
0.4±0.0	0.4±0.05	0.7±0.1	8.7±1.1	67.0±2.2	2.7±0.4	0.2±0.05	0.2±0.05	1.4±0.2	17.5±2.2	27
0.2±0.08	0.4±0.05	0.7±0.1	6.8±1.2	75.0±1.5	3.6±0.8	0.2±0.01	0.1±0.08	1.0±0.02	11.6±0.8	37
0.3±0.1	0.4±0.1	0.7±0.00	6.5±0.5	72.3±0.9	3.4±0.5	0.3±0.1	0.1±0.0	1±0.08	11.5±0.7	38
0.4±0.05	0.6±0.00	0.5±0.15	12.8±0.7	65.5±0.7	3.9±1.1	0.3±0.05	0.2±0.03	0.9±0.05	14.9±1.3	49
0.2±0.02	0.4±0.08	0.7±0.06	10.4±0.5	65.2±2.4	3.2±0.5	0.2±0.3	0.2±0.0	1.2±0.2	18.1±2.2	29
0.3±0.00	0.6±0.00	0.7±0.3	11.2±1.2	67.5±1.7	2.7±0.6	0.2±0.05	0.2±0.06	1.1±0.3	14.3±0.8	43
0.3±0.05	0.6±0.05	0.5±0.04	12.5±0.7	64.3±0.3	4.1±0.08	0.2±0.00	0.2±0.00	0.9±0.00	15.7±1.1	50
0.3±0.05	0.6±0.00	0.6±0.07	9.7±0.2	68.6±3.3	3.8±1.1	0.2±0.03	0.1±0.08	1.1±0.06	14.6±1.4	10
.3±0.03	0.4±0.06	0.7±0.04	8.5±0.5	72.9±1.7	3.5±0.5	0.2±0.08	0.1±0.08	1.0±0.05	12.3±2.2	12
0.5±0.05	0.4±0.05	0.7±0.05	10.2±0.4	71.5±2.4	2.6±0.3	0.1±0.04	0.1±0.03	1.0±0.0	12.0±1.0	24
0.2±0.06	0.4±0.05	0.7±0.0	6.9±0.9	74.4±1.3	3.7±0.6	0.2±0.03	0.1±0.03	1.0±0.0	11.7±0.5	42
0.1±0.05	0.4±0.05	0.8±0.0	8.2±1.1	72.2±0.2	3.5±0.2	0.1±0.0	0.1±0.05	1.2±0.1	12.6±0.4	44
0.4±0.0	0.4±0.5	0.4±0.03	0.7±0.05	11.9±1.2	65.7±3.3	3.4±0.8	0.2±0.06	0.1±0.05	15.9±1.5	14
0.3±0.04	0.5±0.03	0.5±0.07	0.6±0.1	14.5±1.5	63±4.2	3.7±0.55	0.2±0.06	0.1±0.03	15.8±0.4	17
0.2±0.03	0.3±0.06	0.3±0.00	0.6±0.02	11.0±0.75	69.3±3.3	2.7±0.45	0.2±0.04	0.1±0.03	14.2±0.7	21
1.1±0.01	0.3±0.08	0.3±0.06	0.6±0.00	9.6±0.5	70±2.2	2.9±0.9	0.2±0.04	0.1±0.07	14.5±1.1	24
0.2±0.01	0.2±0.04	0.6±0.03	0.6±0.04	12.6±2.2	64.2±1.2	2.8±1.1	0.2±0.00	0.1±0.05	16.9±1.6	25

جدول ۴- ترکیب استرولهای موجود در ۱۸ نمونه روغن زیتون مورد بررسی (بکر درجه یک، بکر معمولی، پالایش شده و روغن زیتون)

Table 4- Composition of sterols in 18 samples of olive oil studied (Virgin olive oil, ordinary virgin, refined and olive oil)

Total Sterol Content (mg/kg)	Sterol and triterpene dialcohol composition (% total sterols) (Mean±SD)						**Sample code**
	Apparent beta-sitosterol[1]	Delta – 7 Stigmastenol	Stigmasterol	Campesterol	Brassicasterol	Cholesterol	
1121.3±3.5	93.0±0.2	0.5±0.01	1.1±0.05	3.5±0.47	0.01±0.00	0.05±0.01	18
6.5±1138.8	94±0.03	0.45±0.03	1.1±0.03	3.7±0.2	0.07±0.00	0.03±0.02	27
1000±4.4	93±0.1	0.5±0.00	0.74±0.3	4.1±1.1	nd	0.04±0.00	37
1017.9±7.3	93.1±0.1	0.5±0.02	0.7±0.1	3.0±0.5	nd	0.08±0.04	38
1788.3±4.3	93.5±0.3	0.5±0.00	1.5±0.5	3.1±0.5	0.03±0.02	0.05±0.02	49
1027.5±3.3	93±0.05	0.5±0.00	1.03±0.06	3.2±0.4	0.03±0.01	0.08±0.03	29
1260.7±2.1	91.4±0.08	0.5±0.02	0.92±0.2	3.0±0.5	0.02±0.00	0.04±0.01	43
1881.6±2.5	93.2±0.06	0.75±0.09	1.45±0.3	2.8±0.4	0.04±0.03	0.04±0.02	50
1086±4.6	93±0.01	0.5±0.01	0.86±0.2	3.5±0.1	0.03±0.01	0.02±0.01	10
1045.5±3.5	85.5±0.4	0.58±0.06	1.7±0.2	5.7±0.4	nd	0.17±0.05	12
1156±2.2	93±0.2	0.47±0.03	2.3±1.1	3.8±0.2	0.08±0.04	0.04±0.00	34
1054±4.7	93.8±0.1	0.5±0.00	0.7±0.05	3.5±0.3	0.08±0.03	0.06±0.02	42
1298.5±4.3	84.4±0.2	0.27±0.07	1.95±0.4	5.7±0.4	nd	0.02±0.01	44
1360.6±1.3	93±0.05	0.5±0.00	1.07±0.04	3.0±0.05	0.02±0.00	0.01±0.00	14
1628.7±2.4	84.4±0.05	0.64±0.2	2.95±0.4	10.4±0.9	nd	0.01±0.00	17
1551±4.5	96.7±0.5	0.1±0.06	0.4±0.1	2.2±0.4	0.01±0.00	nd	21
1155±6.5	93±0.04	0.5±0.00	1.36±0.26	3.8±0.2	0.03±0.01	0.04±0.01	24
1493±3.5	96.9±0.2	0.4±0.05	0.4±0.05	2.1±0.7	0.02±0.00	nd	25

[1] Total of beta-sitosterol+ delta-5-avenasterol +delta-5-23-stigmastadienol +clerosterol + sitostanol + delta 5-24-stigmastadienol

Nd= not detectable

نتایج حاصل از اندازه گیری و تعیین نوع استرول‌ها و اریترودیول واووائول

نتایج به دست آمده از اندازه‌گیری استرول‌ها و اریترودیول و اووائول (بر حسب درصد از استرول تام) در ۱۸ نمونه روغن مورد بررسی، به ترتیب، در جداول

شماره ۴ و۵ نشان داده شده است. همه نمونه‌های روغن زیتون بکر درجه یک از نظر مقدار استرول‌ها با استاندارد ملی شماره ۱۴۴۶ مطابقت داشتند. در بین سایر نمونه‌های مورد بررسی، ۵ نمونه (حدود ۲۸٪) حداقل در یکی از استرول‌ها با استاندارد مطابقت نداشت. در دو نمونه روغن (کد ۴۳ و۱۴)، مقدار براسیکا استرول از حد استاندارد (حداکثر ۰/۱٪) بیشتر بود. معمولاً بیشتر بودن این استرول در روغن زیتون نشان می‌دهد که احتمالاً به روغن زیتون، روغن کلزا یا روغن گیاهی دیگری اضافه شده و یا اینکه آن نمونه حاوی روغن تفاله زیتون است. در همه نمونه‌ها، بیشترین سطح زیر پیک مربوط به مجموع استرول‌ها، بتاسیتواسترول ظاهری، (بتاسیتوسترول+دلتا-۵-آوناسترول+دلتا-۵-۲۳-استیگما استادی نول+ کلروسترول، سیتواستانول+دلتا-۵-۲۴-استیگما استا دی انول) بود، که مقدار آن در ۴ نمونه از حد استاندارد ملی ۱۴۴۶ (۹۳٪) کمتر بود. مقدار استرول تام در همه نمونه‌ها از حد استاندارد ملی ۱۴۴۶ تعیین شده (۱۰۰۰ میلی‌گرم بر کیلوگرم) بیشتر بود.

در یک بررسی، ترکیب استرول‌های دو رقم زیتون که در هفت مکان مختلف رشد کرده بودند مقایسه شده و نتایج نشان داد مقدار این ترکیبات چندان تحت تاثیر شرایط آب و هوایی که درخت زیتون در آن رشد می کند، قرار نمی‌گیرد (ماتائوس و همکاران ۲۰۱۱). طی پژوهشی در تونس، محققین ترکیب استرولی زیتون رقم Chetoui را در نقاط مختلف این کشور اندازه گیری نموده و بیش از ده ترکیب استرولی را شناسایی کردند. اصلی ترین ترکیبات استرولی تعیین شده، به ترتیب، بتاسیتوسترول، دلتا-۵-اوناسترول، کمپسترول و استیگماسترول بودند. مقادیر این ترکیبات به صورت معناداری تحت تاثیر شرایط اقلیمی قرار داشت. در این پژوهش مقادیر تری ترپن دی الکل‌ها نیز اندازه‌گیری شد که میزان آن کمتر از حد تعیین شده توسط استانداردها بود (بن تیم و همکاران، ۲۰۰۸). یورولماز و همکاران در سال ۲۰۱۷ گزارش کردند که ۹۰٪ استرول های موجود در روغن زیتون را دلتا-۵-اونا استرول و بتاسیتواسترول و کمپسترول تشکیل می‌دهند. استرول تام تمامی ارقام مورد مطالعه بیش از ۱۰۰۰ میلی‌گرم بر کیلوگرم گزارش شد. همچنین مشاهده شد که با پیشرفت دوران رسیدگی، میزان استرول تام افزایش چشمگیری داشت. نتایج حاصل از این پژوهش نیز نشان داد که بیشترین میزان استرول در انواع روغن‌های زیتون تحت بررسی همان بتاسیتواسترول، کمپسترول و دلتا-۵-اوناسترول است. از این رو به نظر می رسد این ویژگی می تواند به عنوان عامل مهمی در تشخیص روغن زیتون از سایر روغن‌های گیاهی به کار رود. اما نمی توان از آن به عنوان عاملی برای تشخیص تقلب ناشی از مخلوط کردن انواع روغن زیتون بکر با یکدیگر و حتی با تصفیه شده استفاده نمود.

محتوای اریترودیول و اووائول (بر حسب درصد از استرول تام) از حد غیر قابل تشخیص تا ۴/۷۵٪، در نمونه‌ها متغیر بود (جدول ۵). مقدار این دو ترکیب در روغن‌های زیتون بکر، تصفیه شده و روغن زیتون، بر اساس استاندارد ملی، نباید بیشتر ۴/۵٪ باشد. فقط در یکی از نمونه‌ها، مقدار این فاکتور با استاندارد ملی مطابقت نداشت. مقادیر این دو تری ترپن دی الکل در روغن‌هایی که به روش‌های مکانیکی به دست آمده اند بسیار کمتر از روغن‌هایی است که با حلال استخراج شده اند. بیشتر بودن مقدار مجموع این دو ترکیب در روغن‌های زیتون بکر حاکی از احتمال وجود روغن تفاله زیتون ادغام شده با روغن زیتون بکر است که با اندازه‌گیری الکل‌های آلیفاتیک، موم و الکیل استرها می‌توان اظهارنظر قطعی برای ادغام آن با روغن تفاله زیتون ویا روغن زیتون لامپانت نمود.

نتایج حاصل از اندازه گیری $\Delta ECN\ 42$

نمونه‌های مورد بررسی در جدول شماره ۵ نشان داده شده است. از بین نمونه‌های مورد بررسی، در ۳ نمونه (حدود ۱۷٪) مقدار $\Delta ECN\ 42$ از حد مجاز بیشتر بود که از بین آنها دو نمونه از نوع پالایش شده بود و یک نمونه روغن زیتون بود (جدول شماره ۵). در انواع روغن بکر حداکثر مقدار این ویژگی ۰/۲ و در روغن پالایش شده و روغن زیتون حداکثر ۰/۳ است.

به طور کلی، تری آسیل گلیسرول ها بر اساس نوع اسید چرب موجود، ECN های متفاوتی دارند که بر اساس آن و با در نظر گرفتن ارتباط آن با اسیدهای چرب دسته بندی می‌شوند. از این پارامتر برای شناسایی مخلوط روغن‌های زیتون با روغن‌های گیاهی آفتابگردان و سویا که حاوی مقدار اسید چرب لینولئیک C18:2 به مقدار قابل توجه است استفاده می شود. تری آسیل گلیسرول ها بر اساس تعداد کربن معادل جداسازی می‌شوند که توسط فرمول (ECN = CN-2n) تعریف می‌شود، که در آن، CN تعداد کربن در تری آسیل بوده است و n تعداد باند دوگانه اسید های چرب تشکیل دهنده تری آسیل گلیسرول است. بر اساس استاندارد ملی ایران حداکثر اختلاف مطلق بین میزان محاسباتی وتجربی ECN42 تری آسیل گلیسرول باید در انواع روغن‌های زیتون بکر خوراکی ۰/۲ و در انواع روغن تصفیه شده و روغن زیتون ۰/۳ باشد.

در یک بررسی که توسط ال- حمدی (۱۹۹۵) و همکاران انجام شد، مقدار تری آسیل گلیسرول ECN42 در روغن ذرت، آفتابگردان و سویا، به ترتیب، حدود ۲/۰۴±۲۴/۰، ۴/۱±۲۲/۰ و ۰/۱۱±۲۴/۹ درصد به دست آمد در حالی که در روغن زیتون مقدار آن ۰/۰۲±۱ است. این محقق گزارش نمود فاکتور ECN می تواند برای تشخیص روغن زیتون طبیعی از روغن زیتون تصفیه شده به کار رفته و تقلب حاصل از افزودن روغن سایر دانه های روغنی به زیتون را (در سطح ۳٪-۱) نشان می‌دهد. نتایج اندازه گیری ECN42 در ۱۵ نمونه روغن زیتون در برزیل نشان داد که نمونه‌های مورد بررسی احتمالاً با روغن‌های کم ارزش تر غنی از اسید لینولئیک مانند روغن سویا، آفتابگردان یا ذرت مخلوط شده‌اند (آود-پایمنتل ۲۰۰۸). در تحقیق مشابهی نشان داده شد که این فاکتور ترکیب شدن روغن زیتون با روغن سایر دانه ها را تا سطح ۱٪ نشان می دهد گرچه، این ویژگی اضافه شدن روغن آفتابگردان و سویا (که حاوی مقادیر زیاد اسید لینولئیک هستند) را نسبت به افزودن روغن کلزا (که لینولئیک کمتری دارد) بهتر نشان می دهد (آهنگر بنادکوکی و همکاران ۲۰۱۳). اما در مورد روغن فندق، سطح تشخیص تا بیش از ۲۰٪ اختلاط افزایش می‌یابد. زیرا ترکیب تری آسیب گلیسرول روغن فندق شبیه به روغن زیتون است (موردا و همکاران ۲۰۰۳). گرچه، بر خلاف این موضوع، در تحقیق دیگری اثر شرایط محیطی بر روی مقدار ECN بررسی و نتایج نشان داد از آنجا که ECN42 تحت تاثیر برخی شرایط محیطی افزایش می یابد، نمی تواند به عنوان شاخص برای تقلب در روغن محسوب شود (آهنگر بنادکوکی و همکاران ۲۰۱۳). به طور کلی، افزودن سایر روغن‌هایی که غنی از لینولئیک اسید هستند مانند روغن زیتون تصفیه شده و یا روغن زیتون با کیفیت کمتر، از طریق اندازه گیری ECN قابل تشخیص نیست (ال-حمدی و همکاران ۱۹۹۵).

اندازه گیری ۲-مونوگلیسرول پالمیتات

در تمام ۱۸ نمونه، مقدار۲-مونوگلیسرول پالمیتات بین ۰/۱ تا ۰/۸٪ متغیر بوده و با استاندارد ملی ۱۴۴۶ مطابقت داشت (جدول ۵). بر اساس استاندارد ملی، در انواع روغن بکر و زیتون اگر مقدار اسید پالمیتیک در روغن کمتر از ۱۴٪ باشد، مقدار ۲- گلیسیریل منوپالمیتات حداکثر ۰/۹٪ و اگر بیشتر از ۱۴٪ باشد، مقدار مونوگلیسرول پالمیتات حداکثر می تواند ۱٪ باشد. در روغن تصفیه شده نیز این دو مقدار به ترتیب ۰/۹٪ و ۱/۱٪ هستند.

جدول ۵- مقدار اریترودیول، ۲-گلیسریل منوپالمیتات، ΔECN 42 و مواد غیر قابل صابونی در ۱۸ نمونه روغن زیتون مورد بررسی (بکر درجه یک، بکر معمولی، پالایش شده و روغن زیتون) (Mean±SD)

Table 5- Amounts of erythrodiol, 2-glyceryl monopalmitate, ΔECN 42 and Unsaponifiable matter in 18 samples of olive oil (virgin, ordinary virgin, refined and olive oil) (Mean±SD)

Unsaponifiable matter (g/kg)	ΔECN 42	2-glyceryl monopalmitate (%)	Erythrodiol and uvaol (% total sterols)	Sample code
1.35±0.1	0.19±0.06	0.8±0.1	0.48±0.06	18
1.12±0.05	0.03±0.01	0.1±0.06	0.91±0.03	27
0.82±0.05	0.056±0.01	0.1±0.03	0.62±0.1	37
0.71±0.2	0.056±0.01	0.1±0.00	0.74±0.1	38
1.03±0.06	0.11±0.05	0.9±0.1	2.62±0.6	49
1.2±0.16	0.03±0.01	0.1±0.04	1.03±0.2	29
1.82±0.32	0.02±0.01	0.7±0.1	2.7±0.4	43
0.82±0.17	0.2±0.05	0.8±0.1	2.22±0.14	50
1.24±0.12	0.04±0.01	0.7±0.08	2.67±0.43	10
1.7±0.07	0.36±0.1	0.7±0.1	4.75±0.4	12
1.12±0.15	0.05±0.00	0.17±0.01	0.5±0.05	34
1.2±0.23	0.05±0.05	0.5±0.1	1.2±0.06	42
1.07±0.09	0.5±0.05	0.5±0.05	2.4±0.41	44
1.1±0.25	0.22±0.05	0.6±0.03	3.2±0.24	14
1.24±0.18	0.98±0.09	0.2±0.03	0.36±0.06	17
1.67±0.42	0.3±0.03	0.1±0.05	nd	21
1.66±0.33	0.21±0.01	0.3±0.08	0.62±0.08	24
1.58±0.53	0.15±0.03	0.3±0.05	nd	25

جدول۶- مقایسه تفاوت معنی دار ویژگی‌های کیفی انواع روغن زیتون

Table6- Comparison of significant differences in quality characteristics of different types of olive oil

Type of olive oil	Acidity (g oleic acid/100g)	Peroxide, (MeQ. Peroxide O2/kg oil)	Moisture and volatile matter (% m/m)	Insoluble impurities (% m/m)	Δk	Absorbency in UV 270 nm	ECN42	Unsaponifiable matter (g/kg)
Virgin olive oil	1.02±0.66^{a}	9.9±3.62^{a}	0.076±0.02^{a}	0.054±0.02^{a}	0.007±0.001^{a}	0.22±0.018^{a}	0.06±0.09^{a}	1.00±0.25^{a}
Ordinary virgin olive oil	1.41±0.31^{a}	15.1±2.2^{ab}	0.057±0.035^{a}	0.046±0.01^{a}	0.006±0.001^{a}	0.25±0.04^{a}	0.08±0.01^{a}	1.28±0.51^{a}
Refined olive oil	0.36±0.49^{a}	2.4±1.7^{c}	0.058±0.051^{a}	0.03±0.04^{a}	0.07±0.066^{b}	0.46±0.39^{ab}	0.05±0.2^{a}	1.07±1.18^{a}
Olive oil	0.82±0.05^{a}	5.4±0.07^{b}	0.05±0.009^{a}	0.084±0.07^{a}	0.07±0.016^{b}	0.6±0.22^{b}	0.37±0.34^{a}	1.58±0.14^{a}
P value	0.18	0.009	0.18	0.41	0.00	0.026	0.217	0.129

Each value in the table represents the mean ±standard deviation of triplicate analysis. Different superscripts within the same column represent significant difference at P< 0.05.

نتیجه گیری

بررسی ۱۸ نمونه انواع روغن زیتون نشان داد نمونه‌ها به طور کلی از کیفیت قابل قبولی برخوردارند. اسید چرب ترانس در هیچ یک از آنها مشاهده نشد. بیشترین میزان عدم انطباق نمونه‌ها در درجه اول به مقدار استرول ها و پس از آن به مقدار اسیدیته مربوط بود. نتایج نشان داد از بین ویژگی‌های مورد بررسی فقط Δk در روغن زیتون تصفیه و روغن زیتون تفاوت معنی داری نشان داد.

از آنجا که اکثر آزمون‌های انجام شده در این تحقیق، در انواع روغن زیتون با کیفیت کمتر و روغن زیتون با کیفیت بیشتر تفاوت معنی داری ندارند، می توان نتیجه گرفت که نمی‌توان با قطعیت، این آزمون‌ها را در تعیین تقلبات ناشی از ترکیب انواع روغن زیتون با یکدیگر و یا

فروش روغن بی کیفیت تر به جای روغن با کیفیت بیشتر (مانند روغن بکر) به کار برد و بدیهی است که آزمون‌های تکمیلی دیگری مورد نیاز است. این تحقیق نشان داد که تشخیص روغن با کیفیت کمتر از روغن زیتون با کیفیت بالاتر به راحتی امکان پذیر نبوده و از آنجا که تقلب در فروش روغن زیتون بسیار انجام می‌شود، سازمان‌های قانونگذار باید آزمون‌های دقیق و مکمل برای تشخیص انواع روغن از یکدیگر را تعیین نمایند. به نظر می‌رسد تحقیقات بسیار زیادی در این زمینه مورد نیاز بوده و نتایج حاصل از آنها باید در تجدید نظر استانداردهای ملی و بین المللی مورد استفاده قرار گیرد.

تشکر و قدردانی

نویسندگان این مقاله از پژوهشگاه استاندارد به دلیل تامین مالی پروژه، در اختیار قرار دادن آزمایشگاه و تامین امکانات و تجهیزات آزمایشگاهی قدردانی می‌کنند.

منابع مورد استفاده

پاشایی آ و شواخی ف، ۱۳۹۶، استفاده از روش گرماسنجی برای تعیین تقلب روغن زیتون فوق بکر با روغن کلزا به عنوان جایگزین روش کروماتوگرافی گازی، نشریه پژوهشهای صنایع غذایی،۲۷(۳)، ۱۴۹-۱۳۹

سازمان ملی استاندارد، ۱۳۷۶. اندازه گیری مواد غیر قابل صابونی توسط استخراج با هگزان – روش سریع، استاندارد ملی ایران شماره ۴۰۹۷.

سازمان ملی استاندارد، ۱۳۹۵. روغن زیتون –طیف سنجی نوری در ناحیه فرابنفش (اندازه گیری ضریب خاموشی) روش آزمون، استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۵۰۳.

سازمان ملی استاندارد، ۱۳۹۵. روغن‌ها و چربی های گیاهی و حیوانی –کروماتوگرافی گازی متیل استرهای اسید چرب –قسمت ۱- اندازه گیری با کروماتوگرافی گازی مدرن متیل استرهای اسید چرب –راهنما، استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۱۲۶.

سازمان ملی استاندارد، ۱۳۹۲. روغن زیتون –تعیین اختلاف میزان تئوری و واقعی تری آسیل گلیسرول ها با استفاده از روش ECN42، استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۳۷۹.

سازمان ملی استاندارد، ۱۳۹۱. روغن‌های زیتون و روغن‌های تفاله زیتون –تعیین مقدار ۲-گلیسریل منوپالمیتات، استاندارد ملی ایران شماره ۱۴۶۵۷.

سازمان ملی استاندارد، ۱۳۹۱. روغن زیتون –تعیین مقدار استرول ها و تری ترپن دی الکل‌ها به روش کروماتوگرافی گازی با استفاده از ستون موئین –روش آزمون، استاندارد ملی ایران شماره ۱۶۳۲۴.

سازمان ملی استاندارد، ۱۳۹۰. روغن زیتون–ویژگیها و روش‌های آزمون، استاندارد ملی ایران شماره ۱۴۴۶.

Ahangar Banadkooki S, Piravi Vanak Z, Hadad Khodaparast MH, Safafar H, 2013. Effect of the temperature on ΔECN 42 of Iranian olive oil. Journal of Food Science and Technology 39(10): 43-48.

Aued-Pimentel S, Takemoto E, Kumagai EE, Cano CB, 2008. Calculation of the difference between the actual and theoretical ecn 42 triacylglyceride content to detect adulteration in olive oil samples commercialized in brazil. Quim. Nova 31(1): 31-34.

Ben Temime S, Manai H, Methenni K, Baccouri B, Abaza L, Daoud D, Casas JS, Bueno EO, Zarrouk M, 2008. Sterolic composition of Che´toui virgin olive oil: Influence of geographical origin. Food Chemistry 110: 368–374.

Boudour-Benrachou N, Jérôme P, Pinate C, Artaud J, Dupuy N, 2017. Fatty acid compositions of olive oils from six cultivars from East and South-Western Algeria. Advances in Food Technology and Nutritional Sciences 1: 1-5.

Boulkroune H, Lazzez A, Guissous M, Bellik Y, Smaoui S, Kamoun N.G and Madani T, 2017. Characterization of sterolic and alcoholic fractions of some Algerian olive oils according to the variety and ripening stage. OCL, 24(5): A502.

Desouky IM, Haggag LF, Abd El-Migeed MMM, El-Hady ES, 2009. Changes in some physical and chemical properties of fruit and oil in some olive oil cultivars during harvesting stage. World Jouranl Agriculture Science 5(6): 760–765.

Cimato A, 1990. Effect of agronomic factors on virgin olive oil quality. Olivae 31: 20-31.

El-Hamdy AH, El-Fizga NK, 1995, Detection of olive oil adulteration by measuring its authenticity factor using reversed-phase high-performance liquid chromatography, Journal of Chromatography A 708(2): 351-355**.**

Hernaez A, Remaley AT, Farràs M, Fernandez-Castillejo S, Subirana I, Schroder H, Fernandez-Mampel M, Muñoz-Aguayo D, Sampson M, Sola R, 2015. Olive oil polyphenols decrease LDL concentrations and LDL atherogenicity in men in a randomized controlled trial. Journal of Nutrition 145(8): 1692–1697.

Kalua CM, Allen MS, Bedgood DR, Bishop AG, Prenzler PD, Robards K, 2007. Oive oil volatile compounds, flavour development and quality: A critical review. Food Chemistry 100 (2007): 273–286.

Lopez-Cortes I, Salazar-García DC, Velazquez-Martí B, Salazar DM, 2013. Chemical characterization of traditional varietal olive oils in East of Spain. Food Research International 54: 1934-1940.

Matthaus B, Ozcan MM, 2011. Determination of fatty acid, tocopherol, sterol contents and 1,2- and 1,3-Diacylglycerols in four different virgin olive oil. Journal of Food Processing and Technology 2(117): 2-4.

Mendoza MF, De Miguel Gordillo C, Expóxito JM, Sanchez J, Manuel C, Canod M, Vertedorc DM, Baltasar DMF, 2013. Chemical composition of virgin olive oils according to the ripening in olives. Food Chemistry 141(3): 2575-2581.

Moldao-Martins M, Beirao-da-Costa S, Neves C, Cavaleiro C, Salgueiro L, Beirao-da-Costa ML, 2004. Olive oil flavoured by the essential oils of Mentha piperita and Thymus mastichina L. Food Quality and Preference 15(5): 447–452.

Moore JC, Spink J, Lipp M, 2012. Development and application of a database of food ingredient fraud and economically motivated adulteration from 1980 to 2010. Journal of Food Science 77(4): 118-126.

Moreda W, Pérez-Camino MC, Cert A, 2003. Improved method for the determination of triacylglycerols in olive oils by high performance liquid chromatography Grasas y Aceites 54(2): 175-179.

Noorali M, Barzegar M, Sahari MA, 2014. Sterol and fatty acid compositions of olive oil as an indicator of cultivar and growing area. Journal of American Oil and Chemical Society 91(9): 571-1581.

Moreno OA, Dorantes L, Galindez J, Guzman RI, 2003. Effect of different extraction methods on fatty acids, volatile compounds, and physical and chemical properties of Avocado (Persea americana Mill.) oil. Journal of Agricultural and Food Chemistry 51(8): 2216–2221.

Rafehi H, Ververis K, Karagiannis TC, 2012. Mechanisms of action of phenolic compounds in olive. Journal of Dietary Supplements 9(2): 96-109.

Salvador MD, Aranda F, Gomez-Alonson S, Fregapane G, 2000. Quality characteristics of Cornicabra virgin olive oil. Research Advance in Oil Chemistry 1: 31-39.

Skevin D, Kraljic K, Miletic L, Obranovic M, Neđeral S, Petricevic S, 2011. Adulteration of Oblica virgin olive oil with edible sunflower and refined olive pomace oil, Croatian Journal of Food Technology, Biotechnology and Nutrition 6 (3-4): 117-122.

Yorulmaz HO, Konuskan DB, 2017. Antioxidant activity, sterol and fatty acid compositions of Turkish olive oils as an indicator of variety and ripening degree. Journal of Food Science and Technology 54(12): 4067-4077.

Zegane O, Keciri S, Louaileche H, 2015. Physicochemical Characteristics and Pigment Content of Algerian Olive Oils: Effect of Olive Cultivar and Geographical Origin. International Journal of Chemical and Biomolecular Science 1(3): 153-157.

Journal of Food Researches/vol.31 No.1, 2021/pp 161-176
https://foodresearch.tabrizu.ac.ir
DOI: 10.22034/fr.2021.30913.1626

To investigate the quality of olive oils distributed in the market based on the determined specifications in the national standard of Iran

M Jalili[1] and L Rashidi[2*]

Received: December 16, 2018 Accepted: October 12, 2019
[1]Assistant Professor, Research Center of Food Technology and Agricultural Products, Standard Research Institute (SRI), Karaj, Iran
[2]Associate Professor, Research Center of Food Technology and Agricultural Products, Standard Research Institute (SRI) , Karaj, Iran
[*]Corresponding author: E mail: l.rashidi@standard.ac.ir

Introduction: Today olive oil is widely produced and consumed in different countries due to its good taste and valuable nutritional properties (*Moldao-Martins* et al. 2004). Olive oil fatty acid profiles consist of saturated fatty acids (about 11%), monounsaturated fatty acids (in particular oleic acid) (about 80%), and polyunsaturated fatty acids (approximately 9%). In addition, olive oil contains antioxidant and anti-inflammatory compounds such as squalene, phytosterol, tocopherols, polyphenols, aromatic compounds and coloring pigments (*Rafehi* et al. 2012; *Hernaez* et al. 2015). These compounds have important effects on human health, nutritional value, sensory properties and oil stability (*Kalua* et al. 2007). Based on definition provided by Iranian national standard (1446) olive oil is obtained solely from the fruit of the olive tree to the exclusion of oils obtained using solvents or re-esterification processes and of any mixture with other kind of oil. It is marketed in accordance with the following designations and definitions: virgin olive oils, refined olive oil, olive-pomace oil and olive oil. Virgin olive oils are more expensive than other kind of olive oils because of their good taste and good nutritional values; therefore, sometimes virgin olive oil sold is adulterated, cut with poor quality olive oil or cheaper oils such as sunflower and soybean oil (*Moreda* et al. 2003). Recently, there is a suspicion among consumers and regulatory agencies that some manufacturers (to increase their profits) have labeled lower quality olive oils as a virgin or extra virgin olive oil. A comprehensive study of food fraud over a 30-year period showed that the highest amount of food fraud was related to the olive oil. The study used scientific papers published between 1980 and 2010 (Moore et al. 2012). Therefore, the aim of the current study was to investigate the properties of different types of olive oils (including virgin, refined and olive oil), distributed in the Iranian market.

Material and methods: Total of 18 samples of olive oil including, virgin olive oil (5 samples), ordinary virgin (3 samples), refined olive oil (5 samples) and olive oil (5 samples) were collected from the market (Table 1). The samples were transferred to the laboratory and kept in the refrigerator (4 °C) until they were analyzed. physicochemical and qualitative experiments (including acidity, peroxide, moisture content, insoluble impurities, extinction coefficient (K270, K232, Δk)); and oil purity (including identification and determination of sis and trans fatty acid, sterols, erythrodiol and uvaol content, 2-glyceryl monopalmitate, unsaponifiable matter, and ΔECN 42) were determined. Each sample was tested three times and the results were reported as "mean±standard deviation". Physicochemical properties including acidity, peroxide, moisture and insoluble impurities were measured according to the national standards No 4178, 4179, 4291, and 4095 respectively. The extinction coefficient (K_{232}, K_{270}, ΔK) was determined using a spectrophotometer (EU 2200, ONLAB). Fatty acid profile was determined according to standard No

13126 (2016). Oil samples were sterified in methanol solution (2 M) for 30 min at 50 °C and methyl ester of fatty acids were determined by gas chromatography (GC-Yung Lin 6500) equipped with flame ionization detector (FID). Nitrogen gas (at the flow rate of 4 ml/min) was used as the carrier gas. The ΔECN 42 was calculated based on Iranian National Standard No17379. The 2-monoglycerol palmitate was measured using a gas chromatography equipped with a flame ionization detector (FID). The chromatographic column used was DB-5 (15m*0.25mm*0.53µm). Sterol and triterpene dialcohol composition including, desmethylsterol composition (% total sterols), Total sterol content, and Erythrodiol and uvaol content were determined using GC based on method provided by Iranian national standard (ISIRI 16324). All obtained results for olive oils were subjected to statistical analysis using statistical software (Minitab, 17:0, PA., State College, USA). The significant differences between mean values were determined by analysis of variance (ANOVA) with Post Hoc Tukey's test. A probability value of 0.05 was used to determine the statistical significance. All data are reported as means ± standard deviations.

Results and discussion: Results showed that 8 out of 18 samples (44%), did not comply with standard 1446 (at least in one of the specifications). In 4 samples (about 22%) acidity was higher than the maximum permitted level in national standard No 1446 (Table 2). Acidity is one of the important criteria in the classification of olive oil types. This characteristic indicates the quality of the fruit used for oil production and its production conditions. One reason for the increase in acidity is the activation of enzymes by damage to olive fruit (*Zegane* et al. 2015). All samples were in compliance with the national standard 1446 in terms of peroxide values, moisture content, volatiles compound, and extinction coefficients (Table 2). The results of insoluble impurities in light petroleum showed that in two samples of olive oil and one sample of refined oil this value was higher than the maximum permitted level set by Iranian national standard (Table 2). Unsaponifiable matter in all samples varied between 0.71 and 1.82 g/kg and was in agreeing with related standard (Table 5). The fatty acid profiles of the investigated olive oil samples (C16 to C20) are shown in Table 3. In all samples, oleic and palmitic acids were the most abundant fatty acids followed by linoleic and stearic acid, respectively. The highest mean oleic acid (72.04±2.2) was related to refined olive oil. The results of this study were in agreement with those of other researchers (*Matthaus* et al., 2011). The *trans* fatty acids were not detected in any of the samples. The results obtained for sterol and triterpene dialcohol composition including, desmethylsterol composition (% total sterols), Total sterol content (mg/kg), erythrodiol and uvaol content (% total sterols) are presented in Tables 4 and 5. Desmethylsterol is composed of cholesterol, brassicasterol, campesterol, stigmasterol, delta-7-stigmastenol, and apparent beta-sitosterol. In two oil samples (43 and 14), the amount of Brassica sterol was higher than the standard limit (maximum 0.1%), showing that the other vegetable oils may have been added to olive oil. Maximum difference between the actual and theoretical ECN 42 triacylglycerol content are presented inTable 5. Results showed in 3 out of 18 samples (about 17%) ΔECN 42 was higher than standard limit. In all 18 samples, the amount of 2-monoglycerol palmitate ranged from 0.1% to 0.8% and was in accordance with national standard 1446 (Table 5).

Conclusion: Examination of 18 olive oil samples showed that olive oils distributed in the market, has an acceptable level of quality. The highest amount of non-conformity was related to the amount of sterols followed by acidity. Trans fatty acids were not detected in any of the samples. However, the characteristics studied in this study were not able to detect the virgin olive oil from those with lower quality (refined and olive oil). Therefore, other experiments such as wax content and aliphatic alcohols are necessary to determine the small amount of olive pomace oil and stigmastadiene is needed to determine whether the olive oil is mixed with other vegetable oils. This study showed that it is difficult to distinguish between different types of olive oils and further research is necessary.

Keywords: olive oil, oil purity, physicochemical properties, qualitative properties