

ELIZA GRUCZYŃSKA, EMILIA FASZCZA, PIOTR KOCZOŃ,  
BOLESŁAW KOWALSKI

## OZNACZANIE ZAWARTOŚCI TŁUSZCZU I WODY W MAJONEZACH METODĄ SPEKTROSKOPII W PODCZERWIENI Z TRANSFORMACJĄ FOURIERA

### Streszczenie

Celem pracy było wykorzystanie spektroskopii w podczerwieni z transformacją Fouriera (FTIR) do ilościowego oznaczania tłuszczu i wody w majonezach. Zweryfikowano również poprawność osiągniętych metodą FTIR wyników oznaczeń poprzez odniesienie ich do odpowiednich wartości uzyskanych metodami odwoławczymi. Materiał do badań stanowiły majonezy niskotłuszczowe, stołowe i wysokotłuszczowe. Oznaczeń spektrometrycznych dokonywano rejestrując widma próbek majonezów w 1-propanolu. Widma rejestrowano stosując technikę całkowitego wewnętrznego odbicia (ATR), przy wykorzystaniu przystawki z okienkiem pomiarowym z selenku cynku (ZnSe) lub kryształu KRS. Na podstawie otrzymanych widm, w części odpowiadającej drganiom charakterystycznym dla grupy estrowej acylogliceroli oraz grupy hydroksylowej wody, obliczano powierzchnie pod pasmami przy częstościach  $1748\text{ cm}^{-1}$  i  $1650\text{ cm}^{-1}$ . Następnie z krzywych kalibracji roztworów wzorcowych przeliczano powierzchnie na zawartość odpowiednich składników majonezu.

Wyniki oznaczeń zawartości tłuszczu i wody metodą FTIR są liniowo skorelowane z wynikami otrzymanymi metodami odwoławczymi. Najlepszą zgodność wyników oznaczeń zawartości tłuszczu uzyskano w grupie majonezów wysokotłuszczowych.

**Słowa kluczowe:** FTIR, ATR, majonez, oznaczanie tłuszczu, oznaczanie wody.

### Wprowadzenie

Tradycyjny majonez jest mieszaniną żółtka jaja, octu, oleju i przypraw (przede wszystkim musztardy). Najczęściej stosowanymi olejami do produkcji majonezów są: rzepakowy, sezamowy, słonecznikowy, bawełniany, sojowy, kukurydziany. Zawartość oleju wpływa na konsystencję majonezów, która determinuje zastosowanie tego rodza-

ju wyrobów spożywczych. Majonezy do sałat mają konsystencję płynną, natomiast przeznaczone do dekoracji potraw powinny być półstałe [9, 11]. Typowy majonez zawiera 70–80% tłuszczu i mimo wysokiej zawartości tłuszczu w stosunku do wody, jest on emulsją typu olej w wodzie. Majonez, sklasyfikowany jako trwała emulsja, zostaje wytworzony, gdy przyłożona siła ścinania powoduje rozproszenie fazy olejowej w postaci kropelek w fazie wodnej. Amfifilowy charakter emulgatora (np. lecytyny z żółtka jaja) sprzyja utrzymaniu pożądanej stabilności emulsji. Właściwa jakość majonezów jest warunkowana odpowiednią obróbką składników fazy wodnej i tłuszczowej w warunkach specyficznych procesów ścinania [3].

Stale rosnące wymagania konsumentów i zalecenia dietetyków sprawiają, że na rynku dostępna jest szeroka gama majonezów, zróżnicowanych pod względem zawartości tłuszczu. Zastosowanie szybkiej, niezawodnej metody ilościowego oznaczania zawartości tłuszczu i wody w tego typu produktach jest kluczowe w kontroli jakości. Występują bowiem znaczne trudności w oznaczeniach tłuszczu i wody w stabilnych emulsjach spożywczych, utworzonych dzięki właściwej kombinacji sił ścinania w połączeniu z efektem działania emulgatora [2]. Badania wykonywane przez zespół z Uniwersytetu McGill w Kanadzie [13, 14] dowodzą, że metoda spektroskopii w podczerwieni z zastosowaniem transformacji Fouriera jest alternatywą dla wielu chemicznych metod analizy żywności. Zawartość tłuszczu i wody w majonezach może być monitorowana za pomocą spektrometrii FTIR/ATR [7]. Celem takich badań jest przede wszystkim wykluczenie niekorzystnych zmian w produkcie, jak np. rozpad emulsji, ale także umożliwienie producentowi szybkiej ingerencji w proces produkcji w trakcie jego przebiegu [13]. Metoda FTIR/ATR umożliwia posługiwanie się próbkami produktów żywnościowych mającymi postać ciał stałych, cieczy czy past, dając przy tym powtarzalne wyniki [8]. Do wykonania dokładnego oznaczenia zaleca się dobór odpowiedniego rozpuszczalnika, w którym rozpuszczeniu ulegają triacyloglicerole oraz woda [7]. To założenie spełnia 1-propanol, który stosowany jest przy oznaczeniach w majonezach, maśle orzechowym, itp. Dokonywane są pomiary absorpcji promieniowania IR przez wiązania estrowe przy częstotliwości  $\sim 1748 \text{ cm}^{-1}$  oraz wiązania H–OH przy  $\sim 1650 \text{ cm}^{-1}$ , po tym jak odjęte zostanie pasmo pochodzące od rozpuszczalnika. Na podstawie krzywych kalibracji odczytuje się dane ilościowe dotyczące tłuszczu i wody w emulsji. Kalibracja polega na określeniu absorbancji mieszanin o znanej zawartości tłuszczu i wody na podstawie wysokości lub powierzchni pasm, przy charakterystycznych częstotliwościach. Mieszaniny takie są sporządzane z czystych składników, zmieszanych w różnych proporcjach w 1-propanolu bądź poprzez dodanie do rozpuszczalnika znanej ilości produktu o wcześniej sprawdzonej (metodami odwoławczymi) zawartości oznaczanych składników. Analiza próbki masła, margaryny czy majonezu trwa 5–7 min, przy czym rzeczywisty czas pracy aparatu to zaledwie 30 s [16]. Ze względu na

prostą procedurę przygotowywania mieszanin standardowych metoda FTIR/ATR odnosi się do kontrolowania zawartości tłuszczu i wody także w emulsjach typu w/o [13].

W technikach spektroskopowych, mimo że ciągle jeszcze mało powszechnych w kontroli jakości tłuszczów, tkwi niewątpliwie duży potencjał, czyniący z nich funkcjonalne, wygodne narzędzia w badaniach lipidów [17]. Spektroskopia w podczerwieni może być stosowana zarówno do określania właściwości chemicznych tłuszczów (liczby: jodowa, zmydlania, kwasowa, nadtlenkowa), jak i do śledzenia postępujących zmian chemicznych, np. podczas utwardzania lub autooksydacji [7, 15]. Spektroskopia FTIR dostarcza bowiem informacji o grupach funkcyjnych związków powstających w procesie utleniania, ponieważ każdy z nich daje charakterystyczne sygnały w podczerwieni [4]. Metoda FTIR/ATR jest stosowana także do wykrywania zafałszowań tłuszczów. Tego typu badania dotyczą np. monitorowania autentyczności oliwy z oliwek typu virgin [12]. Rejestrowane są widma czystej oliwy z oliwek i próbek z dodatkiem różnych ilości oleju słonecznikowego. Na podstawie uzyskanych wyników opracowano metodykę wykrywania obecności i określania zawartości tego typu zafałszowań. Wykorzystując technikę ATR można oznaczać również zawartość wolnych kwasów tłuszczowych. Dokładność wyników oznaczeń porównywalna jest z odwoławczą metodą miareczkową zamieszczoną w zbiorze oficjalnych metod analitycznych AOAC [5].

Niniejsza praca miała na celu:

1. Wykorzystanie spektroskopii w podczerwieni, z zastosowaniem transformacji Fouriera, do ilościowego oznaczania zawartości tłuszczu i wody w różnego typu majonezach.
2. Zweryfikowanie poprawności osiągniętych, za pomocą metody FTIR, wyników oznaczeń poprzez odniesienie ich do odpowiednich wartości uzyskanych metodami odwoławczymi.

### **Materiał i metody badań**

Materiał do badań stanowiły majonezy o różnej zawartości tłuszczu, tzn. niskotłuszczowe, stołowe oraz wysokotłuszczowe, dostępne na polskim rynku, producentów polskich, jak i zagranicznych. Wszystkie produkty stanowiące materiał doświadczalny kupowano w jednym ze stołecznych supermarketów.

W badanych majonezach oznaczano zawartość tłuszczu metodami: Mojonnier, Soxhleta, FTIR oraz zawartość wody wg Polskiej Normy [10] i metodą FTIR.

#### *Oznaczanie zawartości tłuszczu metodą Mojonnier*

Procedurę zaczerpnięto ze zbioru Association of Official Analytical Chemists, Official Methods of Analysis [1]. Metodę Mojonnier klasyfikuje się do ekstrakcyjno –

wagowych, periodycznych. Próbkę majonezu traktowano  $\text{NH}_4\text{OH}$  w celu zobojętnienia kwasów, następnie dodawano fenoloftaleinę, aby wyraźniej zaobserwować granicę podziału między fazami eterową i wodną. Tłuszcz ekstrahowano mieszaniną eterów naftowego i dietylowego (1:1, v/v) ze znanej odważki majonezu (ok. 5 g). Ekstrakcję wykonywano trzykrotnie. Ekstrakt eterowy dekantowano do zważonej kolby, a następnie mieszaninę eterów odparowywano. Wyodrębniony tłuszcz suszono do stałej masy. Równolegle wykonywano próbę kontrolną, gdzie zamiast próbki majonezu dozowano wodę i powtarzano przedstawioną procedurę. Oznaczenia wykonywano w dwóch powtórzeniach. Wyniki oznaczeń wyrażano w procentach wagowych.

#### *Oznaczanie zawartości tłuszczu metodą Soxhleta*

Zawartość tłuszczu metodą Soxhleta oznaczano wg Polskiej Normy [10].

#### *Oznaczanie zawartości tłuszczu i wody metodą FTIR*

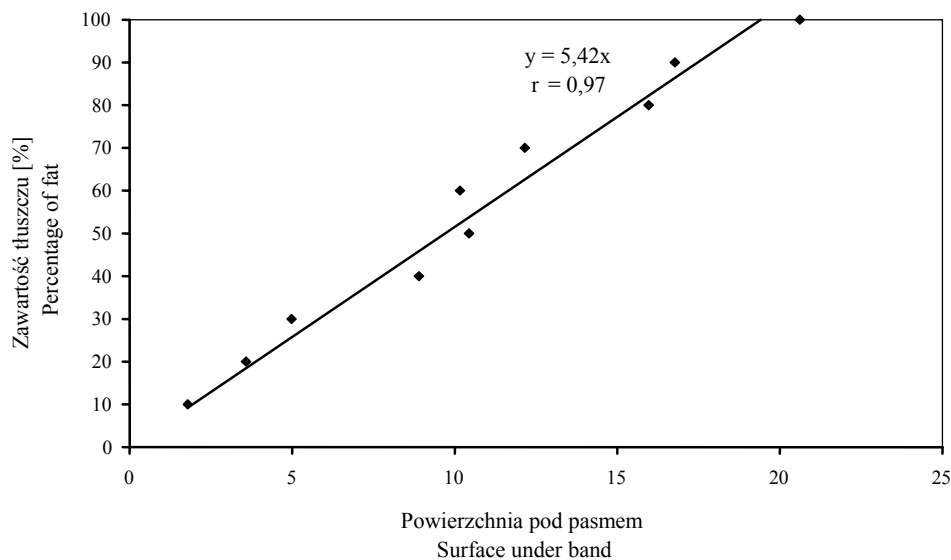
Widma w podczerwieni rejestrowano przy użyciu aparatu FTIR, firmy Perkin Elmer System 2000. Widma próbek majonezów handlowych w 1-propanolu rejestrowano, stosując technikę całkowitego wewnętrznego odbicia (ATR), przy wykorzystaniu przystawki z okienkiem pomiarowym z selenku cynku ( $\text{ZnSe}$ ) lub kryształu KRS. Wykonywano również widma roztworów wzorcowych, sporządzonych na bazie różnych ilości oleju rzepakowego i wody w 10 g 1-propanolu.

Spektrometr FTIR był sterowany komputerowo przy użyciu programu GRAMS RESEARCH 2000. Oprogramowanie to umożliwiło graficzno-matematyczną obróbkę zarejestrowanych widm. Wykresy funkcjonalnej zależności intensywności promieniowania od częstotliwości rejestrowano w zakresie częstości  $1950\text{--}1550\text{ cm}^{-1}$  (średnia podczerwień) w skali absorbancji, stosując rozdzielczość  $4\text{ cm}^{-1}$ . Każde widmo skanowano 40 razy. Po odjęciu widma czystego 1-propanolu, obliczano powierzchnie pod pasmami występującymi przy częstościach  $1748\text{ cm}^{-1}$  i  $1650\text{ cm}^{-1}$ . Pasma przy częstości  $1748\text{ cm}^{-1}$  jest związane z rozciąganiem wiązania atomów  $\text{C}=\text{O}$  należących do grupy estrowej acylogliceroli. Pasma  $1650\text{ cm}^{-1}$  jest związane z drganiami  $\text{O}-\text{H}$  cząsteczki wody [6]. Każde widmo rejestrowano 3–4 razy, otrzymując powierzchnie pod pasmami nieróżniące się o więcej niż 1–2%.

Na podstawie widm roztworów wzorcowych wykreślano krzywe kalibracji, przedstawiające zależności zawartości tłuszczu (rys. 1) i wody (rys. 2) w funkcji powierzchni pasm zarejestrowanych przy danych częstościach drgań. Równania krzywych kalibracji oraz powierzchnie pasm charakterystycznych dla roztworów badanych majonezów w 1-propanolu, wykorzystywano do oznaczeń zawartości tłuszczu i wody w analizowanych produktach. Nazwy badanych majonezów zaszyfrowano pod odpowiednimi symbolami (tab. 1 i 2).

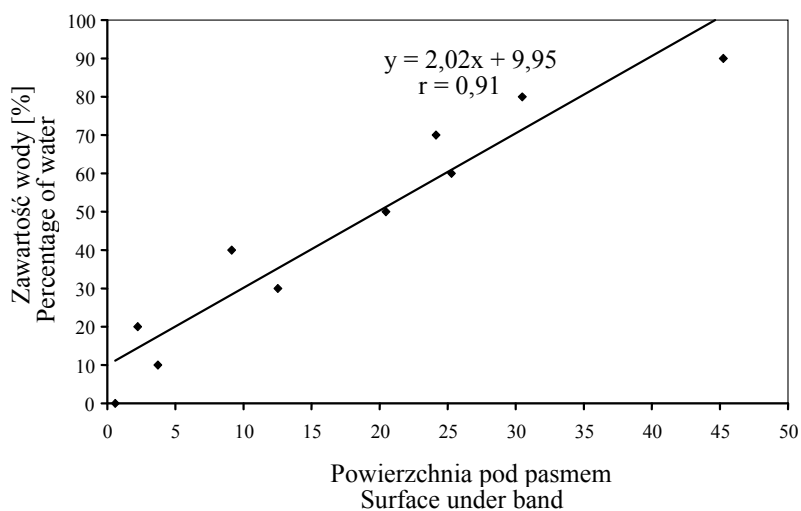
## Oznaczanie zawartości wody metodą suszenia

Zawartość wody oznaczano wg Polskiej Normy [10].



Rys. 1. Krzywa kalibracji – zawartość tłuszczu w funkcji powierzchni pasm uzyskanych metodą FTIR (częstość drgań  $\sim 1748 \text{ cm}^{-1}$ ).

Fig. 1. Standard curve for the percentage of fat (at frequency  $\sim 1748 \text{ cm}^{-1}$ ).



Rys. 2. Krzywa kalibracji – zawartość wody w funkcji powierzchni pasm uzyskanych metodą FTIR (częstość drgań  $\sim 1650 \text{ cm}^{-1}$ ).

Fig. 2. Calibration curve – water content (per cent) as a function of surfaces of bands obtained using FTIR (at a vibration frequency  $\sim 1650 \text{ cm}^{-1}$ ).

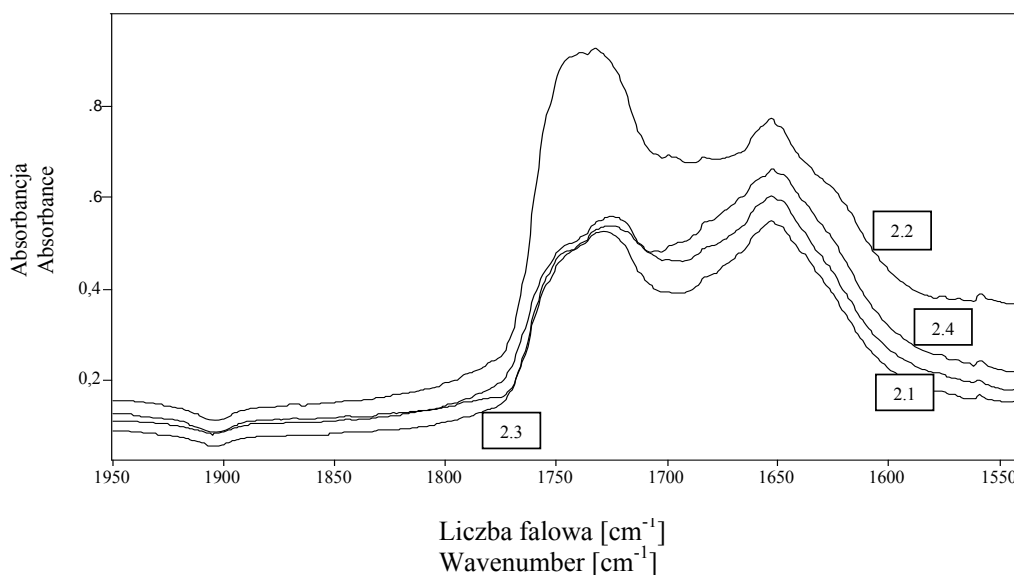
Tabela 1

Zawartość tłuszczu w majoneżach w odniesieniu do wartości deklarowanych przez producenta.  
Fat content (expressed as per cent rate) in mayonnaises referred to values as declared by the producer.

Grupa majoneżów The group of mayonnaises	Symbol produktu Symbol of the product	Zawartość tłuszczu [%] The percentage of fat				Różnica między metodami standardowymi a metodą FTIR [%] The difference between standard and FTIR methods [%]
		Deklarowana przez producenta Declared by the producer	Oznaczona metodą Soxhleta Determined by Soxhlet method	Oznaczona metodą Mojonniera Determined by Mojonnier method	Oznaczona metodą FTIR Determined by FTIR method	
Nisko tłuszczowe Low FAT	1.1	40,0	41,4	41,2	35,3	6,0
	1.2	45,0	46,2	46,0	39,5	6,6
	1.3	45,0	46,2	45,8	39,7	6,3
	1.4	52,2	49,4	47,2	48,3	1,1
Stołowe Regular	2.1	65,0	66,4	65,8	60,7	5,4
	2.2	51,0	52,5	52,2	46,0	6,4
	2.3	70,0	71,5	71,0	67,6	3,6
	2.4	52,5	53,6	53,2	49,4	4,0
Wysoko tłuszczowe High FAT	3.1	80,0	81,4	81,2	77,9	3,4
	3.2	79,2	80,0	79,9	78,8	1,2
	3.3	80,0	80,9	79,0	79,7	0,2
	3.4	79,4	80,4	79,6	77,0	3,0

## Wyniki i dyskusja

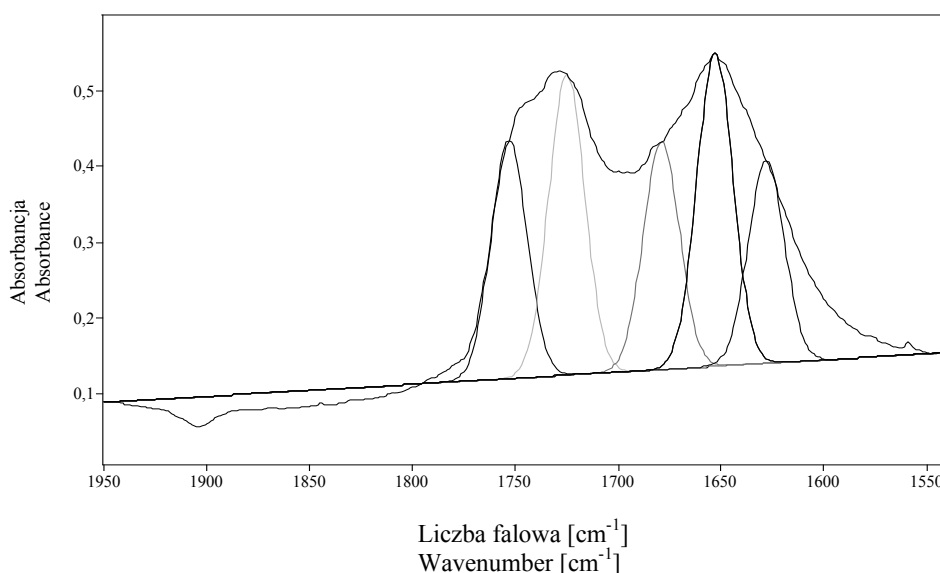
Na rys. 3. przedstawiono przykładowe zarejestrowane widma majonezów stołowych. W widmach badanych majonezów nie zawsze uzyskiwano symetryczne pasma obecne dokładnie przy częstościach  $1748\text{ cm}^{-1}$  i  $1650\text{ cm}^{-1}$ . Najbardziej symetryczne były pasma majonezów wysokotłuszczowych. Wyraźne, lecz nieco przesunięte na skali częstości, były pasma majonezów stołowych. Na widmach majonezów niskotłuszczowych zaobserwowano, bez przeprowadzenia obróbki matematycznej, jedynie pasmo odpowiadające częstości  $1650\text{ cm}^{-1}$ . Prawidłowość tę może powodować większa różnorodność składu majonezów niskotłuszczowych i stołowych, w porównaniu z tradycyjną recepturą produktów wysokotłuszczowych. Zastosowane oprogramowanie komputerowe (GRAMS Research 2000) oraz zdolność rozdzielcza aparatu były przyczyną przedstawionych powyżej problemów analitycznych. Pomimo tego określono ilościowo zawartość tłuszczu w produktach niskotłuszczowych i stołowych, dzięki rozłożeniu niesymetrycznych pasm na 5 pasm składowych (rys. 4). Powierzchni pasm charakterystycznych, pochodzących od tłuszczu i wody, poszukiwano przy zadanych częstościach drgań. Procedurę tę wykonywano w identyczny sposób w przypadku widm roztworów wzorcowych. Można było oczekiwać, że wyniki oznaczeń tłuszczu w produktach o zredukowanej zawartości tego składnika, ze względu na utrudnioną procedurę obliczania powierzchni pod pasmem charakterystycznym dla drgań atomów grupy estrowej, będą odbiegały od osiągniętych metodami odwoławczymi.



Rys. 3. Widma FTIR majonezów stołowych w 1-propanolu.

Fig. 3. The FTIR spectra of regular mayonnaise samples in 1-propanol.

Wyniki oznaczeń zawartości tłuszczu w majonezach w odniesieniu do wartości deklarowanych przez producenta zamieszczono w tab. 1. Wartości oznaczone metodą Soxhleta stanowią średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń, nieróżniących się między sobą więcej niż o 0,2%. Różnice pomiędzy wynikami dwóch równoległych oznaczeń metodą Mojonnier'a były nie większe niż 0,03%. Metodami uznawanymi za odwoławcze (Soxhleta, Mojonnier'a) osiągnięto wyniki kształtujące się na podobnych poziomach, wyższych jednak od wartości uzyskanych metodą FTIR. Największe różnice (ok. 6%) zanotowano w grupie majonezów niskotłuszczowych. Podobną tendencję zaobserwowano także w majonezach stołowych. Otrzymane różnice są jednak mniejsze i kształtują się na poziomie ok. 4%. Wyjątkiem jest majonez o symbolu 2.2, w przypadku którego metodą FTIR otrzymano wynik o ok. 6% niższy od wartości uzyskanych metodami odwoławczymi. Zadeklarowana przez producenta zawartość tłuszczu (51%) kwalifikuje wymieniony majonez do grupy stołowych, jednak jest to wartość zbliżona do górnej granicy określonej w Polskiej Normie [10] dla majonezów niskotłuszczowych. Fakt ten może stanowić prawdopodobne wytłumaczenie zanotowanego odstępstwa. W majonezach wysokotłuszczowych wyniki oznaczeń zawartości tłuszczu kształtowały się na podobnym poziomie. Zawartość tłuszczu w majonezach ma zatem wpływ na zgodność wyników oznaczeń pomiędzy metodami ekstrakcyjnymi a metodą instrumentalną. Im większa była zawartość tłuszczu w analizowanych produktach, tym rezultaty osiągnięte metodą FTIR były bliższe uzyskanym metodami Soxhleta i Mojonnier'a.



Rys. 4. Rozkład widma FTIR majonezu stołowego (2.3) w 1-propanolu na pasma składowe.

Fig. 4. FTIR spectrum distribution of a regular mayonnaise sample (2.3) in 1-propanol into component bands.



Wyniki oznaczeń zawartości wody zamieszczono w tab. 2. Wartości otrzymane metodą suszenia stanowią średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń, które nie różniły się między sobą więcej niż o 0,5%. Stosując metodę FTIR otrzymano wyższe wyniki (o ok. 1,2–8,3%) w porównaniu z metodą standardową (suszenie). Obecność jonów oraz związków polarnych ogranicza ruchliwość cząsteczek wody, utrudniając jej parowanie. Prawdopodobnie dlatego wyniki oznaczeń zawartości wody otrzymywane metodą suszenia próbki są zaniżone. Najmniejsze różnice wyników oznaczeń zanotowano w grupie majonezów niskotłuszczowych (ok. 1,2–5,5%).

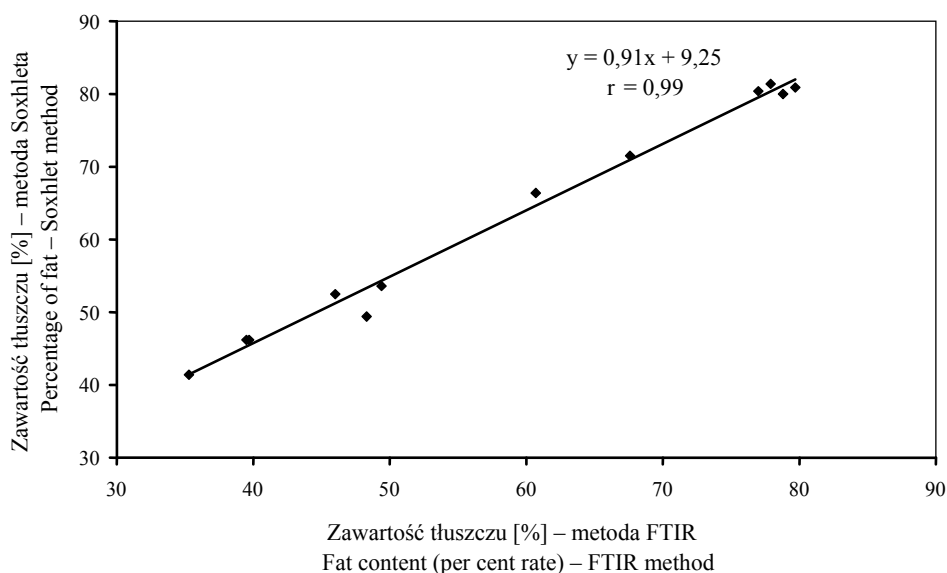
Chippie i wsp. uzyskali znacznie większą zgodność wyników oznaczeń tłuszczu i wody, zarówno w grupie majonezów niskotłuszczowych i stołowych, jak i w majonezach wysokotłuszczowych [2]. Badania van de Voorta i wsp. [14, 16] potwierdzają wysoką zgodność pomiędzy wynikami oznaczeń tłuszczu metodą Mojonnier'a i metodą FTIR, w grupie produktów wysokotłuszczowych. Wyniki oznaczeń wody metodą FTIR również nie różniły się znacząco od otrzymanych metodą standardową.

Tabela 2

Zawartość wody w badanych majonezach.  
Water content in mayonnaises under investigation.

Grupa majonezów The group of mayonnaises	Symbol produktu Symbol of the product	Zawartość wody [%] Water content [%]		Różnica między metodą FTIR a metodą standardową [%] The difference between FTIR and standard methods [%]
		Oznaczona przez suszenie Determined by drying	Oznaczona metodą FTIR Determined by FTIR method	
Niskotłuszczowe Low fat	1.1	48,6	50,4	1,8
	1.2	43,2	48,5	5,3
	1.3	42,7	48,2	5,5
	1.4	44,6	45,8	1,2
Stołowe Regular	2.1	26,0	29,7	3,7
	2.2	40,7	47,7	7,0
	2.3	22,4	28,0	5,6
	2.4	38,8	40,5	1,7
Wysokotłuszczowe High fat	3.1	12,8	20,6	7,8
	3.2	11,2	19,5	8,3
	3.3	14,3	21,1	6,8
	3.4	16,0	22,0	6,0

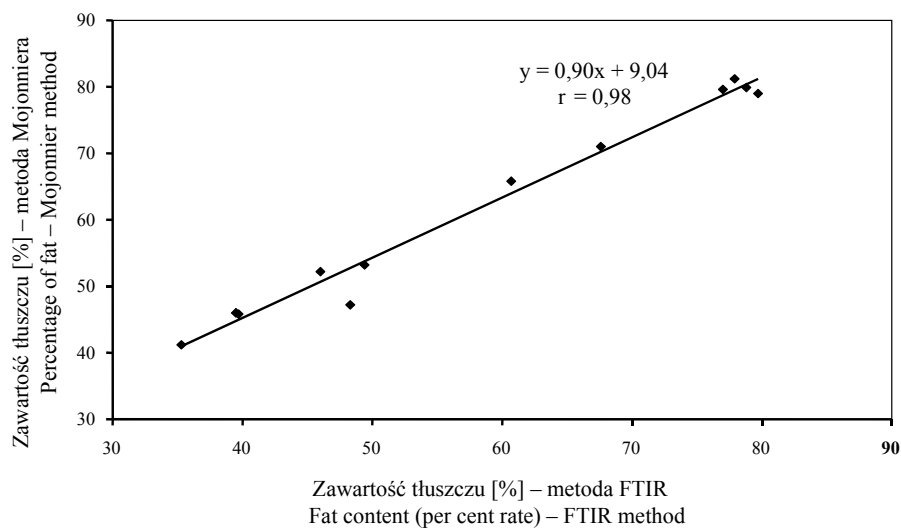
Istnieją liniowe zależności pomiędzy wynikami oznaczeń tłuszczu i wody metodami odwoławczymi oraz metodą FTIR. Wyniki oznaczeń tłuszczu metodą FTIR w większości badanych majonezów są niższe od wartości otrzymanych metodami ekstrakcyjnymi (rys. 5 i 6). Względne różnice wyników oznaczeń kształtują się na poziomie ok. 10%, jednak w przedziale 40–80% zawartości tłuszczu uzyskano zależności liniowe o bardzo wysokich współczynnikach korelacji. Wyznaczone zależności potwierdzają sformułowane wcześniej stwierdzenia o największej zgodności wyników oznaczeń tłuszczu w grupie majonezów wysokotłuszczowych. Zawartość wody oznaczona metodą standardową była o ok. 12% mniejsza w porównaniu z metodą FTIR (rys. 7). W zakresie 10–50% zawartości wody otrzymano zależność liniową o wysokim współczynniku korelacji ( $r = 0,98$ ).



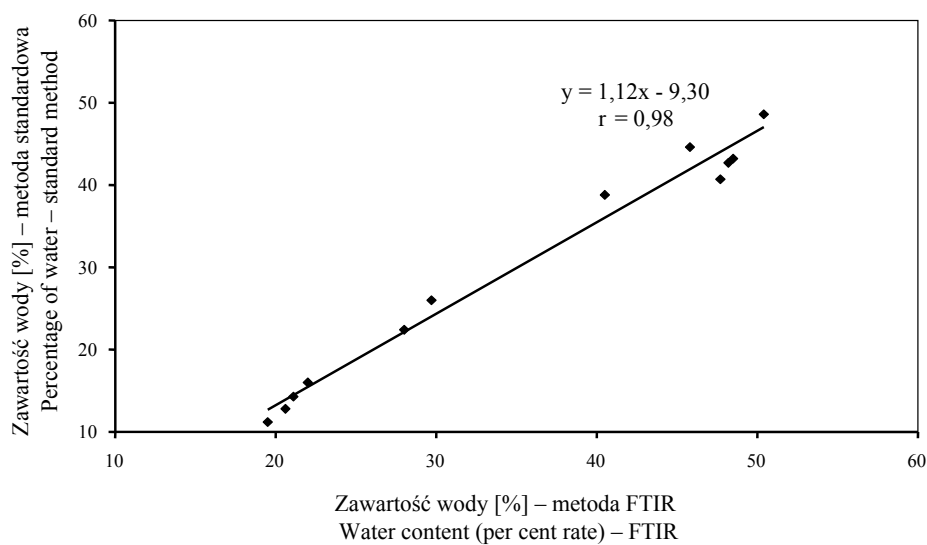
Rys. 5. Zależność pomiędzy wynikami zawartości tłuszczu oznaczonymi metodami: Soxhleta i FTIR.

Fig. 5. The relationship between the results of the percentage of fat determined by Soxhlet and FTIR methods.

Podsumowując można stwierdzić, że metoda FTIR jest znacznie szybsza, bardziej ekonomiczna w porównaniu ze standardowymi metodami oznaczania tłuszczu i wody w majonezach. Pomimo różnic ilościowych oznaczanych składników, występują liniowe zależności pomiędzy wynikami oznaczeń tłuszczu i wody metodami standardowymi i metodą FTIR, o wysokich współczynnikach korelacji. Podjęty temat badawczy wymaga kontynuacji, wyniki wykonanych badań wskazują jednak na potencjalne możliwości wykorzystania metody FTIR do rutynowych analiz majonezów. W literaturze krajowej nie podjęto tematyki zastosowania metody FTIR w badaniach majonezów. W literaturze obcojęzycznej wskazuje się jednak na duży potencjał metody FTIR w tego



Rys. 6. Zależność pomiędzy wynikami zawartości tłuszczu oznaczonymi metodami: Mojonnier i FTIR.  
Fig. 6. The relationship between the results of the percentage of fat determined by Mojonnier and FTIR methods.



Rys. 7. Zależność pomiędzy wynikami zawartości wody oznaczonymi metodami: standardową i FTIR.  
Fig. 7. The relationship between the results of the water content (per cent rate) determined by standard and FTIR methods.

typu badaniach, jak również w analizach innych produktów spożywczych. Szerokie zastosowanie analityczne FTIR do badania produktów spożywczych, w tym również emulsji tłuszczowych, polega na wykorzystaniu metody ATR, która w prosty powtarzalny sposób umożliwia posługiwanie się próbkami w postaci ciał stałych, cieczy i past. Ograniczeniem powszechnego stosowania tej metody jest jednak wysoki koszt spektroskopów IR oraz programów komputerowych, nieodzownych do analiz otrzymywanych widm.

### **Wnioski**

1. Stwierdzono występowanie liniowych zależności pomiędzy wynikami oznaczeń tłuszczu i wody metodami odwoławczymi oraz metodą FTIR, charakteryzujące się bardzo wysokimi współczynnikami korelacji.
2. Zanotowano wpływ zawartości tłuszczu w majonezach na zgodność wyników oznaczeń pomiędzy metodami Soxhleta i Mojonnier'a a metodą instrumentalną. Stosując metodę FTIR uzyskano niższe wyniki w porównaniu z metodami ekstrakcyjnymi. Im większa była zawartość tłuszczu w analizowanych produktach, tym rezultaty osiągnięte metodą FTIR były bliższe uzyskanym metodami ekstrakcyjnymi.
3. Zawartość wody oznaczona metodą FTIR przyjmuje wartości wyższe od otrzymanych metodą standardową. Prawdopodobnym wytłumaczeniem zaniżonych wyników zawartości wody, uzyskanych metodą suszenia próbki, jest obecność jonów oraz związków polarnych, które ograniczają ruchliwość cząsteczek wody utrudniając jej parowanie.

### **Literatura**

- [1] Association of Official Analytical Chemists: Fat in milk, method no. 989.05. Official Methods of Analysis, Washington 1990, D.C.
- [2] Chippie A. L., Jamieson P. R., Golt C. M., Hsu Ch. H., Lo Y. M.: Quantitative analysis of fat and moisture in mayonnaise using Fourier Transform Infrared Spectrometer. *Int. J. Food Proper.*, 2002, **5** (3), 655-665.
- [3] Depree J. A., Savage G. P.: Physical and flavour stability of mayonnaise. *Food Sci. Technol.*, 2001, **12**, 157-163.
- [4] Guillen M. D., Cabo N.: Fourier Transform Infrared Spectra data versus peroxide and anisidine values to determine oxidative stability of edible oils. *Food Chem.*, 2002, **77**, 503-510.
- [5] Ismail A. A., van de Voort F. R., Emo G., Sedman J: Rapid quantitative determination of free fatty acids in fats and oils by Fourier Transform Infrared Spectroscopy. *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 1993, **70** (4), 335-341.
- [6] Kęcki Z.: Podstawy spektroskopii molekularnej. Wyd. Nauk. PWN. Warszawa 1992.
- [7] Kowalski B.: Zastosowanie spektroskopii FTIR w analizie żywności. W: Gwarantowana jakość w przetwórstwie żywności. *Mat. Konf. SGGW*, Warszawa 16–18 maja 1995, s. 141-149.

- [8] Kuehl D., Crocombe R.: The quantitative analysis of a model fermentation broth. *Appl. Spectrosc.*, 1984, **38**, 907-909.
- [9] Niewiadomski H.: *Technologia tłuszczów jadalnych*. WNT, Warszawa 1979.
- [10] PN-A-86950: 1995. Majonez.
- [11] Świdorski F. (red.): *Żywność wygodna i żywność funkcjonalna*. WNT, Warszawa 1999.
- [12] Tay A., Singh R. K., Krishnan S. S., Gore J. P.: Authentication of olive oil adulterated with vegetable oils using Fourier Transform Infrared Spectroscopy. *Lebensm. Wiss. u. Technol.*, 2002, **35**, 99-103.
- [13] Van de Voort F. R.: Fourier Transform Infrared Spectroscopy applied to food analysis. *Food Res. Int.*, 1992, **25**, 397-403.
- [14] Van de Voort F. R., Sedman J., Emo G., Ismail A. A.: A rapid FTIR quality control method for fat and moisture determination in butter. *Food Res. Int.*, 1992, **25**, 193-198.
- [15] Van de Voort F. R., Sedman J., Emo G., Ismail A. A.: Rapid and direct iodine value and saponification number determination of fats and oils by attenuated total reflectance (ATR) / Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR). *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 1992, **69** (11), 1118-1129.
- [16] Van de Voort F. R., Sedman J., Ismail A. A.: A rapid FTIR quality - control method for determining fat and moisture in high - fat products. *Food Chem.*, 1993, **48** (2), 213-221.
- [17] Van de Voort F. R., Sedman J., Russin T.: Lipid analysis by vibrational spectroscopy. *Eur. J. Lipid Sci. Technol.*, 2001, **103**, 815-840.

#### DETERMINATION OF FAT AND WATER CONTENTS IN MAYONNAISE BY FOURIER TRANSFORM INFRARED SPECTROSCOPY

##### S u m m a r y

The objective of this research was to apply Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) for quantitative determinations of fat and water in mayonnaise. The results of FTIR method were compared with those obtained by reference standard methods in order to verify whether or not they are correct. Low fat, regular and high fat mayonnaise varieties constituted the research material. Spectra of mayonnaise samples in 1-propanol were recorded using a total reflectance (ATR) technique. A FTIR spectrometer involved in this method was equipped with a horizontal zinc selenide (ZnSe) ATR sampling accessory or KRS crystal. On the basis of the spectra obtained, surfaces under two distinct bands: at 1748  $\text{cm}^{-1}$  and 1650  $\text{cm}^{-1}$  were calculated. The sections of spectra taken for the calculations corresponded to the vibrations characteristic for the ester group of acylglycerols and the hydroxyl group of water, respectively. Next, using the calibration curves of the standard solutions, those surfaces were converted into contents of relevant mayonnaise components.

The determination results of the percentage rate of fat and water using a FTIR method are linearly correlated with those obtained by the reference standard methods. The group of high fat mayonnaises showed the best compatibility of their fat content levels as determined for the purpose of this study.

The best agreement in experimental measurements of the fat contents has been received for high fat mayonnaise.

**Key words:** FTIR, ATR, mayonnaise, determining the fat content, determining of water content. ☒