



Dr. Mücahit KIVRAK¹

¹ BAÜN Edremit Myo

Zeytincilik ve Zeytin İşleme Teknolojisi Programı



kivrak@gmail.com

0505 772 44 46



ZEYTİNYAĞI KALİTE KONTROL KRİTERLERİ

Ders Notu : 124





Abdullah Gungor 🖐️ Gönderi Sahibi

Hepinize tesekur ederim arkadaşlar değerli yorum ve fikirleriniz için

18s Beğen Yanıtla



Ercan Gurkan

Gemlik umurbeyden kanada ya yağ götüren arkadaş kanada gümrüğünden tahlilde omega vitaminine rastlanmış

18s **Hahaha** Yanıtla



3



Mustafa Ceylan

Kardeşim Ayvalık ZEYTİNİ, TABİRİ CAİZSE halk arasındaki ismi EDREMİT ZEYTİNİ. YAĞI VE sofralık yeşil çizme, alaca çizme, olarak 1 NUMARA.VE YAĞININ ÖMRÜ EN UZUN OLAN ZEYTİN. GEMLİK SOFRALIK SİYAH HER NEKADAR 1 NUMARA İSE, YAĞI MAALESEF ÖMRÜ EN KISA OLANDIR.HER İKİSİDE KULVARINDA AYRI BİR DEĞER OLUP HAYIRLI NASİPLER İNŞALLAH.

18s Beğen Yanıtla



2



Yorum yaz...



Zeytinyađı eřitli zelliklerine gre sınıflandırıldıktan sonra;
sađlık ve beslenme aısından,
hile aısından ve duysal aıdan kalite kontrol yapılmaktadır,
Zeytinyađının fiziksel ve kimyasal zellikleri: zeytin eřidi, iklim ve
toprak kořulları, zeytinin olgunlařma derecesi, zeytinyađı retiminde
kullanılan yntemler gibi birok faktre bađlı olarak deđiřiklik
gstermektedir.

ZEYTİNYAĞI KALİTESİ HASATTA BAŞLAR, SIKIM VE ŞİŞELEMEYE KADAR DEVAM EDER

Zeytinin hasat zamanı bölgeden bölgeye değişiklik göstermekle birlikte, kaliteli bir zeytinyağı elde etmenin koşullarından birisi de doğru zamanda ve doğru metotla hasat yapabilmektir.

Ayrıca, en kaliteli zeytinin bile kötü işlenmesi durumunda elde edilecek yağın, gereken kaliteyi sağlayamayacağı da bir gerçektir. Bu nedenle zeytinyağıyla ilgili kalite kontrolleri üretimin her aşamasında gerçekleştirilmektedir.

KALİTELİ BİR ÜRÜN ÜRETMEK İÇİN ÜRETİM SIRASINDA DİKKAT EDİLMESİ GEREKEN KONTROL NOKTALARI

- o Zeytinlerin kabulü ve seçimi ile kullanılacak suyun temini
- o Zeytinlerin bekletilmesi
- o Zeytinlerin temizlenmesi ve yıkanması
- o Zeytinlerin kırılması ve öğütülmesi
- o Zeytin hamurunun yoğrulması
- o Zeytinyağının ayrılması
- o Zeytinyağının depolanması

Zeytin çeşidine göre ekstraksiyon yönteminin seçilmesi ve yağın paketleme öncesi muhafazası önem taşımaktadır,

Elde edilen ürün, uygun depolama koşullarında, yabancı koku olmayan, direk güneş ışığı almayan; serin yerlerde, renkli cam şişelerde, renkli camlı damacanalarda ve içi laklı teneke kutularda ağzı kapalı ve dolu olarak saklandığında, natürel zeytinyağları 24 ay, riviera ve rafine zeytinyağları ise 18 ay özelliklerini kaybetmezler.



Bir fabrika
laboratuvarı nasıl
olmalıdır?
İzleyelim (V).

Zeytinyağlarında kalite kontrol parametreleri;
kaliteyi ve saflığı belirten analizler olmak üzere iki kısma ayrılmaktadır.

KALİTEYİ BELİRLEYEN PARAMETRELER

- o Serbest yağ asitliği
- o Peroksit tayini
- o UV soğurma değerleri
- o Eterde çözünmeyen safsızlıklar
- o Nem ve uçucu madde
- o Ağır metaller
- o Duyusal özellikler (Natürel zeytinyağı için)

SAFLIĐI BELİRLEYEN PARAMETRELER

- o Kırılma indisi
- o Yađ asitleri kompozisyonu
- o Sterol kompozisyonu
- o Toplam sterol miktarı
- o β -pozisyonlu palmitik ve stearik
- o Vaks miktarı
- o Trigliserit kompozisyonu
- o Stigmastadien miktarı

Zeytin yađı saflık kriterleri

Bađıl yođunluk

Sabunlařma sayısı

İyot sayısı

Trans yađ asitleri

Gerçek ve teorik ECN42 arasındaki maksimum fark

Trigliseritlerin B-pozisyonundaki toplam doymuř asitler

Eritrodiol + Uvaol

Mumsu maddeler

PARAMETRELERİ BELİRLEMEDE KULLANILAN STANDARTLAR

o Ulusal Standartlar

O TS 341 Yemeklik Zeytinyağı Standardı

o Türk Gıda Kodeksi Zeytinyağı ve Pirina Yağı Tebliği 2010/35

o Uluslararası Standartlar (ISO, AOCS)

o Uluslararası Zeytinyağı Konseyi Ticari Standardı (IOCC)

o Avrupa Birliği Standardı (EEC)

o Codex Alimentarius

FFA & peroksit & özgül absorbans & etil ester
duyusal analiz

zeytinyağında bakılması gereken analizlerdir.

Özellikler	Ham						Ham	Rafine	Karma
	Zeytinyağ	Sızma	Birinci	İkinci	Rafine	Riviera	Pirina	Pirina Yağı	Pirina Yağı
I Kalite Kriterleri									
Serbest Yağ Asidi%	>3,3	≤ 0,8	≤ 2,0	≤ 3,3	≤ 0,3	≤ 1,0		≤ 0,3	≤ 1,0
Nem ve uçucu madde % en çok	-	0,2	0,2	0,2	0,1	0,1	-	0,1	0,1
EÇM % en çok	-	0,1	0,1	0,1	0,05	0,05	-	0,05	0,05
Peroksit (meq O/kg) en çok	-	20	20	20	5	15	-	5	15
Özgül Abzorbans									
K232		<2,5	<2,6						
K270		<0,22	<0,25	<0,30	<1,1	<0,9		<2,0	<1,7
DELTAK		<0,01	<0,01	<0,01	<0,16	<0,15		<0,2	<0,18
Sabunlaşmayan mad g/kg	-	15	15	15	15	15	-	-	30
Halojene Solventler	Her bir halojene solventin maksimum konsantrasyonu 0,1 mg/kg'ı, Halojene solventlerin toplamının maksimum konsantrasyonu 0,2 mg/kg'ı geçmemelidir.								

	Kusurların Ortancası/Medyanı (Md)	Meyvemsi Özellik Ortancası/Medyanı(Mf)
Naturel Sızma Zeytinyağı	$Md=0$	$Mf>0$
Naturel Birinci Zeytinyağı	$0 < Md \leq 3,5$	$Mf > 0$
Naturel İkinci Zeytinyağı	$3,5 < Md \leq 6,0^*$	

SAFLIK KRİTERLERİ	Ham Zeytinyağı	Sızma	Birinci	İkinci	Rafine	Riviera	Ham Pirina	Rafine Pirina Yağı	Karma Pirina Yağı
2.1. Bağlı Yoğunluk, (20C/ 20Csu)	0.910-0.916	0.910-0.916	0.910-0.916	0.910-0.916	0.910-0.916	0.910-0.916	0.910-0.916	0.910-0.916	0.910-0.916
2.2. Kırılma İndisi, (nD 200C)		1.4677-1.4705	1.4677-1.4705	1.4677-1.4705	1.4677-1.4705	1.4677-1.4705			1.4680-1.4707
2.3. Sabunlaşma Sayısı, (mgKOH/kg)		184-196	184-196	184-196	184-196	184-196			182-193
2.4. İyot Sayısı, Wijs		75-94	75-94	75-94	75-94	75-94			75-94
YAĞ ASİTLERİ KOMP.									
Miristik asit (C14:0)	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,05
Palmitik asit (C16:0)	7,5-20	7,5-20	7,5-20	7,5-20	7,5-20	7,5-20	7,5-20	7,5-20	7,5-20
Palmitoleik asit (C16:1)	0,3-3,5	0,3-3,5	0,3-3,5	0,3-3,5	0,3-3,5	0,3-3,5	0,3-3,5	0,3-3,5	0,3-3,5
Heptadekanolik/margarik asit (C17:0)	≤ 0,3	≤ 0,3	≤ 0,3	≤ 0,3	≤ 0,3	≤ 0,3	≤ 0,3	≤ 0,3	≤ 0,3
Heptadesenoik/margoleik asit (C17:1)	≤ 0,3	≤ 0,3	≤ 0,3	≤ 0,3	≤ 0,3	≤ 0,3	≤ 0,3	≤ 0,3	≤ 0,3
Stearik asit (C18:0)	0,5-5,0	0,5-5,0	0,5-5,0	0,5-5,0	0,5-5,0	0,5-5,0	0,5-5,0	0,5-5,0	0,5-5,0
Oleik asit (C18:1)	55,0-83,0	55,0-83,0	55,0-83,0	55,0-83,0	55,0-83,0	55,0-83,0	55,0-83,0	55,0-83,0	55,0-83,0
Linoleik asit (C18:2)	3,5-21,0	3,5-21,0	3,5-21,0	3,5-21,0	3,5-21,0	3,5-21,0	3,5-21,0	3,5-21,0	3,5-21,0
Linolenik asit (C18:3)	≤ 1,0	≤ 1,0	≤ 1,0	≤ 1,0	≤ 1,0	≤ 1,0	≤ 1,0	≤ 1,0	≤ 1,0
Araşidik asit (C20:0)	≤ 0,6	≤ 0,6	≤ 0,6	≤ 0,6	≤ 0,6	≤ 0,6	≤ 0,6	≤ 0,6	≤ 0,6
Gadoleik/eikosenoik asit (C20:1)	≤ 0,4	≤ 0,4	≤ 0,4	≤ 0,4	≤ 0,4	≤ 0,4	≤ 0,4	≤ 0,4	≤ 0,4
Behenik asit (C22:0)	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,3	≤ 0,3	≤ 0,3
Lignoserik asit (C24:0)	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,2

2-gliseryl monopalmitat (%)	Ham zeytinyağ	Naturel	Birinci	İkinci	Rafine	Riviera	Ham prina	Rafine prina	Karma prina
Toplam Palmitik asit (%) ≤ 14	≤ 0,9	≤ 0,9	≤ 0,9	≤ 0,9	≤ 0,9	≤ 0,9			
Toplam Palmitik asit (%) > 14	≤ 1,1	≤ 1,0	≤ 1,0	≤ 1,0	≤ 1,1	≤ 1,0	≤ 1,4	≤ 1,4	≤ 1,2
Sterol Toplamındaki %' ler									
Kolesterol	≤ 0,5	≤ 0,5	≤ 0,5	≤ 0,5	≤ 0,5	≤ 0,5	≤ 0,5	≤ 0,5	≤ 0,5
Brassikasterol	≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,2
Kampesterol	≤ 4,0	≤ 4,0	≤ 4,0	≤ 4,0	≤ 4,0	≤ 4,0	≤ 4,0	≤ 4,0	≤ 4,0
Stigmasterol	Kampesterolden az								
Delta-7-stigmastenol	≤ 0,5 ⁽⁴⁾	≤ 0,5 ⁽⁴⁾	≤ 0,5 ⁽⁴⁾	≤ 0,5 ⁽⁴⁾	≤ 0,5 ⁽⁴⁾	≤ 0,5 ⁽⁴⁾	≤ 0,5 ⁽⁴⁾	≤ 0,5 ⁽⁴⁾	≤ 0,5 ⁽⁴⁾
Toplam B-Sitosterol	≥ 93	≥ 93	≥ 93	≥ 93	≥ 93	≥ 93	≥ 93	≥ 93	≥ 93
Toplam Sterol İçeriği, ppm	1000	1000	1000	1000	1000 ⁽⁴⁾	1000 ⁽⁴⁾	2500	1800	1600
Eritrodiol ve Uvaol İçeriği (Toplam Steroller İçinde), (%)	≤ 4,5 ⁽²⁾	≤ 4,5	≤ 4,5	≤ 4,5	≤ 4,5	≤ 4,5	> 4,5 ⁽³⁾	> 4,5	> 4,5
2.5. Trans Yağ Asitleri									
C 18:1 T (%)	≤ 0,10	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,20	≤ 0,20	≤ 0,20	≤ 0,40	≤ 0,40
C18:2 T (%) + C 18:3 T (%)	≤ 0,10	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,30	≤ 0,30	≤ 0,10	≤ 0,35	≤ 0,35
ECN 42 Farkı	0,3	0,2	0,2	0,2	0,3	0,3	0,6	0,5	0,5
Stigmastadien ppm	≤ 0,50 ⁽⁵⁾	≤ 0,10 ⁽⁵⁾	≤ 0,10 ⁽⁵⁾	≤ 0,10 ⁽⁵⁾					
Wax (C40+C42+C44+C46) (mg/kg)	≤ 300 ⁽²⁾	≤ 250	≤ 250	≤ 250	≤ 350	≤ 350	> 350 ⁽³⁾	> 350	> 350

ZEYTİNYAĞINA YAPILAN TAĞŞİŞLER

Kimyasal analizleri uygun olup tadında kusur bulunan sızma zeytinyağının naturel sızma zeytinyağı olarak adlandırılması

Naturel sızma zeytinyağına rafine zeytinyağın karıştırılması

Zeytinyağına prina yağın karıştırılması

Zeytinyağına bitkisel yağların karıştırılması

Zeytinyađına bařka bitkisel yađların karıřtırılması

- Sabunlařmayan madde analizi
- Toplam sterol miktarı ve sterol kompozisyonu
- Yađ asidi kompozisyonu
- Trans yađ asitleri ieriđi
- ECN42
- Trigliseritlerin 2. Pozisyonlu palmitik ve stearik asit toplamı

Zeytinyađına pirina yađı karıřtırılması

-Eritrodiol ve uvaol miktarı

-Alifatik alkoller

-Vaks miktarı

Dođal zeytinyađına rafine zeytinyađı karıřtırılması

- UV ıřıđında 6zg6l sođurma deđerleri
- Trans yađ asitleri ieriđi
- Stigmastadien miktarı

Zeytinyağının başka yağlarla karıştırılması yani tağışı son derece kolaydır.

Fiyatının ucuz olmasından dolayı pamuk yağı ya da zeytinyağına benzer yapısından dolayı fındık yağı kullanılmaktadır.

Pamuk yağı renk olarak uymaktadır.

Fındık yağı da kimyasal kompozisyonu bakımından zeytinyağına çok benzer bu nedenle saptamak çok zordur. %5 ya da daha az oranda fındık yağı eklendiğinde bu tağışı saptamak neredeyse imkansız hale gelmektedir.

Bu yüzden IOOC kimyacıları bazı metodlar önermektedir.

Bu metodlar:

A) Evrensel Metod: Yağ asitleri ve trigliseritlerin saptanmasına dayanan metoddur. Deneyler sonucunda elde edilen veriler özel bir bilgisayar programında analiz edilir ve zeytinyağının gerçek olup olmadığı saptanır.

B) Örnek Gösterilen Metod: Yağ asitleri ve trigliseritlerin saptanmasına dayanan metoddur. Birinci metotta bahsedilen programdan farklı bir programda analiz edilerek zeytinyağının gerçek olup olmadığı saptanır.

C) Serbest ve Esterifiye Steroller Metodu: Bu metod da serbest ve esterifiye sterollerin saptanmasına dayanan bir metoddur. Formül kullanarak zeytinyağının gerçek olup olmadığı saptanır.

Zeytinyağındaki iklim deęişikliği etkisiyle meydana gelen delta7-stigmastenoldeki sapmayı tespit etmek için karar ağacı kullanmamız gerekiyor. Söz konusu karar ağacı ile taęşiş edilmiş bir zeytinyağını saf zeytinyağı ile ayırma imkanı buluyoruz ve bu analizlerin hassasiyeti %1'lere kadar etkili olabilmektedir. Bu bakımdan ham, rafine veya riviera zeytinyağı ticaretinde yeni yürürlüğe girmekte olan karar ağacı uygunluęunu mutlaka kontrol etmenizi ve bu kapsamda da sterol kompozisyonun yanısıra ECN 42 farkı analizini de yapmanızı tavsiye ederim. Ham zeytinyağında bunun yanısıra stigmastadien analizi de yapılmalı ve 30mg/kg'dan az olmasına dikkat edilmelidir.

1.SERBEST YAĐ ASİTLİĐİ

Asit Sayısı: 1 gr yađda bulunan serbest yađ asitlerini nötralize etmek için sarf edilen Potasyum Hidroksit'in mg olarak miktarını tanımlar.

Asidite: Yađ içerisinde bulunan yađ asitleri miktarının yüzde oleik asit olarak değeridir.

10 g yađ (asit yağlarında 0,5-1 g) 50 ml nötr alkol ile kaynatılarak, 0,1 N NaOH ile titre edilir.



Serbest yağ asitliđi
tayini nasıl yapılır
izleyelim (V).



Serbest yağ
asitliği tayini
nasıl yapılır
başka bir
arkadaşımızdan
izleyelim (V).

ASİDİTE NEDİR?

Olgunlaşmış bir zeytin tanesini ele alalım. Ne kadar olgunlaşmış olursa olsun, bir şekilde tepkimeye girememiş, açıkta kalmış yağ asitleri olacaktır. Çünkü bitkide yağ oluşumu olayı geliştikçe, yağ asitlerinin henüz tepkimeye girmemiş gliserinle buluşmaları olasılığı azalır. Ve öyle bir an olur ki artık yağ asitlerini gliserinle buluşturmak olanaksız hale gelir. İşte bu açıkta kalmış yağ asitleri bize o yağın asiditesini verecektir. Burada herhangi bir dış etken olmadan, tamamen doğal bir asitlikten söz edilmektedir. Yani, yağlarda asitlik, bitkide doğal olarak oluşan yağ asitlerinin bir şekilde gliserinle (ya da onları nötralize edecek başka bir madde ile) buluşamamalarının sonucudur. Buradan şu çok önemli sonuç ortaya çıkar. Bitkisel yağlarda asit asla sıfır olamaz. Çok düşük olabilir ama mutlaka vardır.

Dalından kopardığımız zeytini ne kadar abuk yađ haneeye yetiřtirirsek asidite o kadar dűřűk olur. Dolayısıyla zeytini ne kadar abuk sıkarak, yađını ıkarırsak asitlik de o kadar dođala yakın olur. uval yerine kasalarla taşırsak yine asidite dűřűk olur.

Zeytinyađının asiditesi onun fiyatını belirleyen etmenlerden bir tanesidir.

Asitliğin ölçümü sırasında biz gerçekte yüz birim yağ içinde kaç birim serbest yağ asidi olduğunu buluruz.

Zeytinyağının yağ asitleri kompozisyonu

Asidin Adı	% Miktarı
Miristik	0,1-1,2
Palmitik	7,0-16
Palmitoleik	<0,1
Stearik	1-3
Oleik	65-85
Linoleik	4-15
Araşidik	0,1-0,3

Zeytinyağının çok büyük bir bölümü oleik asitten oluşmaktadır. O halde asitlik tayinin oleik asit cinsinden yapılması en mantıklı karardır.

$$\text{Asit Sayısı} = \frac{40 \times V \times c \times F}{m}$$

$$\text{Asidite (\% Oleic acid)} = \frac{282 \times V \times c \times F}{m \times 10}$$

$$\text{Asidite} = \text{Asit sayısı} \times 0,503$$

Serbest yağ asidi, trigliseridin hidroliziyle, ortamda su ve ısıyla artar. Asidite, naturel yağların sınıflandırılmasında en önemli kriterlerinden biridir.

Serbest asitlik

Hem zeytin yađının sınıflandırılmasında (ticari deđerlendirilmesinde) hem de yađın yemeklik veya rafinajlık olması hakkında bilgi verir. Hasattan sofraya kadar geęen sũreęte, serbest asitlik artışına neden olabilecek etkenleri azaltılmalı veya bertaraf edilmelidir.

Zeytinyağlarındaki serbest yağ asidi miktarı önemli bir kalite unsurudur ve değişik zeytinyağlarını karakterize etmek için geleneksel olarak kullanılmaktadır.

Serbest yağ asitliği zamanla lipaz enzimi, ısı ve ışık gibi etkenlerden etkilenerek artar. Bu artış ransidite ya da acılaşma adı verilen kalite kusurunun oluşmasına yol açar.

Zeytinyađı eşidi	Serbest Asitlik
	(% en ok, oleik asit cinsinden)
Ham zeytinyađı	>2.0
Naturel sızma zeytinyađı	<0.8
Naturel Birinci Zeytinyađı	<2.0
Rafine Zeytinyađı	<0.3
Riviera Zeytinyađı	<1.0
Ham Pirina Yađı	
Rafine Pirina Yađ	<0.3
Pirina Yađı	<1.0

SERBEST YAĞ ASİTLERİ TAYİNİ

Tanım: Bu metodla zeytinyağında bulunan serbest yağ asitlerinin miktarı bulunur ve % oleik asit olarak gösterilir.

Gerekli malzemeler:

250 ml'lik erlen

Gerekli kimyasallar:

Eşit hacimde %95'lik etil alkol ve etil eter karışımı

%95'lik etil alkolle hazırlanmış %1'lik fenolfitalein çözeltisi

1 N sodyum hidroksit çözeltisi

Deneyin yapılışı:

- Erlen içerisinde 5-10 g yağ 1 mg duyarlılıkla tartılır.
- Tartılan bu yağ üzerine 50 ml nötrleştirilmiş alkol eter karışımı ve indikatör olarak 1 ml fenolfitalein çözeltisi katılır.
- Kuvvetle çalkalayarak 0.1 N sodyum hidroksit ile açık pembe renkte elde edilinceye kadar titre edilir. Bu pembe renk 30 saniye değişmeden kalmalıdır.

$$\% = \frac{S.N.28,2}{A}$$

Hesaplama:

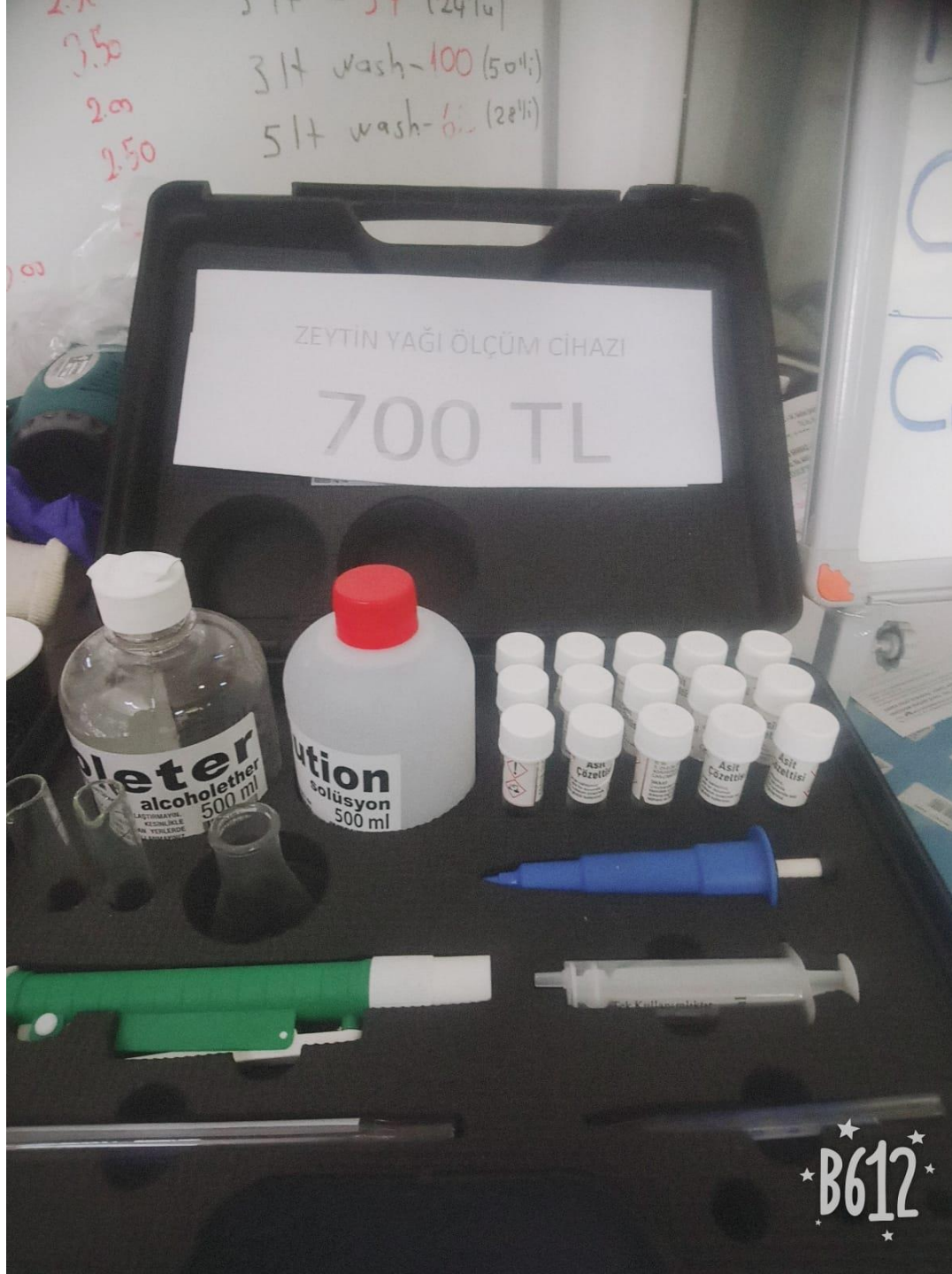
Serbest yağ asitleri (Oleik asit cinsinden)

S = Titrasyonda harcanan 0.1 N sodyum hidroksit çözeltisi, ml

N = Titrasyonda kullanılan sodyum hidroksit normalitesi

A = Tartılan numune ağırlığı,g

Not: Paralel tayinler arasında bulunan fark 0.1'den fazla olamaz.



Yüksek asitli zeytinyağlarının içerisinde atılan tuz zeytinyağının acılığını kötü tadını değiştirmektedir. bu yüzden halk içinde bir çok kişi bu tip zeytinyağlarına tuz atmaktadır.

deneyebilirsiniz.

elde ettiğiniz acı zeytinyağının içerisinde tuz attığınızda acılıktan eser kalmayacak.

tat duygusunu değiştirmektedir.

tuzun ayrıca kimyasal olarak kullanımı ise eskiden zeytinyağları taş baskıda işlenirdi. bu baskı şeklinde sudan ayrılması zordu. susakla alınan zeytinyağı amforada bekletilir tabanda suyun zeytinyağına etkisini azaltmak ve posa tadını engellemek için tuz koyarlardı.

günümüz kimya bilgilerine göre bu işlemlerin hepsi yanlıştır.

NEM VE UÇUCU MADDE

Bu analiz için etüv, rezistanslı veya infrared nem tayin cihazları, Karl Fischer titratörlü nem tayin cihazları kullanılmaktadır. Karl Fischer, 15 dakikada sonuç vermesi yanında etüv de maliyet açısından uygundur. 10 g numune sabit tartıma gelmiş petri kabına konarak 103 C etüvde sabit tartıma gelene kadar tutularak yapılır.

Naturel zeytin yağlarında en fazla % 0.2 düzeyinde olmasına izin verilmiştir. Diğer yağlarda ise bu sınır en, fazla % 0.1 dir. Bunun nedeni zeytin yağı dışındaki diğer yağların rafinasyona girmeleridir.

Zeytinyağının ekstraksiyonu sırasında zeytin dokularından yağa geçen suyun ve uçucu maddelerin tespit edilmesi amacıyla etüvde kurutma yöntemi ile yapılmaktadır.

ETERDE ÇÖZÜNMEYEN MADDE

Yağda bulunan yabancı madde, kum, toprak ve diğer safsızlıkların sabit tartıma getirilmiş siyah bant süzgeç kağıdından petrol eter ve 5-10 g yağın süzülmesidir. Yeterli miktarda petrol eteri geçirildikten sonra süzgeç kağıdı 103 C etüvde sabit tartıma getirilir ve tartılır. Az miktarda petrol eteri kullanılırsa bir miktar yağ süzgeç kağıdında kalacağı için, EÇM değeri yüksek çıkacak, yanlış sonuç verecektir. Analiz sırasında numunenin homojen alınması da önemli bir ayrıntıdır.

Zeytinyağında bulunan uçucu maddeler dışında kalan toplam yabancı maddelerdir.
Zeytinyağı üretimi sırasındaki kötü işlemlerin bir göstergesidir.
Petrol eteri ya da heksanda çözünmeyen maddeler, toprak, kum ve benzeri maddeler, mineral maddeler, okside olmuş yağ asitleri, mineral maddeler, karbonhidratlar, azotlu maddeler, bazı reçine ile kalsiyum ve alkali sabunların bir kısmını içine alır.

PEROKSİT DEĞERİ

1000 g yağda bulunan bağlı bulunan peroksit olarak bağlı oksijenin miliekuivalent-gram olarak miktarıdır ya da KI'ü I₂ ye yükseltgeyen aktif oksijenin miliekuivalent gramı şeklinde tanımlanır.

5 gram yağ üzerine 50 ml asetik asit-kloroform (3:2) , 0,5 ml enjektörle doygun KI çözeltisi konarak 1 dakika boyunca yavaşça elle çalkaladıktan sonra 30 ml saf su, 1 ml 5g/1000 ml lik indikatör olan nişasta çözeltisi konduktan sonra 0,1 N Na₂S₂O₃ ile ilk rengini alana kadar titrasyon yapılır. Eğer peroksit sayısı yüksekse, 1 dakikalık çalkalama boyunca çok koyu renkte sarı olur.

P.V: Normalite* Sarfiyat*1000/Numune miktarı

Bir yağ numunesinde yapılması gereken ilk analiz peroksit sayısıdır.2-3 saat arayla yapılan peroksit analizlerinde bile farklı sonuçlar çıkar. Numunenin, -20 C de siyah şişede saklanması gerekir. Peroksit değeri yüksek çıkan yağlarda, özgül abzorbans analizi de yapılırsa K232 değerinin yüksek çıktığı görülür.

Peroksit Deęeri

Yaęların oksidasyonunda oluřan hidrokperoksitlerin doęrudan ölçümüne dayanmaktadır. Naturel zeytin yaęları için yasal üst limit rafinasyona girmedięi için dięer yaęlardan daha yüksektir. Rafinasyon iřlemi esnasında, aęartma ve deodorizasyon iřlemi esnasında, oluřan hidroperoksitler parçalanmakta ve yüksek vakumda yaędan uzaklařmaktadır.

Yağların otooksidasyonu sonucunda yağlarda mevcut hidroperoksitlerin miktarını veren peroksit değeri, yağların bozulma dereceleri hakkında bilgi vermektedir. Peroksit değeri arasındaki farklılık zeytinlerin yağa işleme aşamasında sistemlerdeki; zeytinlerin temizlenmesi, kırılması, hamurun yoğrulması ve kullanılan farklı dekantasyon teknikleri gibi farklı işlem basamaklarından kaynaklanmaktadır.

Peroksit sayısı, yağlarda bulunan etkin oksijen miktarının ölçüsüdür. 1000 g yağda bulunan peroksit olarak bağlı oksijenin milieşdeğer-gram olarak miktarıdır ya da potasyum iyodürü iyodür iyonuna yükseltgeyen aktif oksijenin miliekivalent gramı şeklinde tanımlanabilir. Yağdaki peroksit miktarı yağın bozulma derecesi ve daha ne kadar saklanabileceği konusunda fikir vermektedir.

ZEYTİNYAĞINA AİT PEROKSİT DEĞERLERİ TGK ZEYTİNYAĞI VE PİRİNA YAĞI TEBLİĞİ, 2010/35

Zeytinyağı çeşidi	Peroksit değeri (meq aktif oksijen/kg yağ, en çok)
Natürel sızma zeytinyağı	20
Natürel Birinci Zeytinyağı	20
Rafine Zeytinyağı	5
Riviera Zeytinyağı	15
Rafine Pirina yağı	5
Pirina Yağı	15

PEROKSİT SAYISI TAYİNİ

Tanım: Peroksit sayısı, yağlarda bulunan aktif oksijen miktarının ölçüsü olup 1 g yağda bulunan aktif oksijenin mikrogram olarak miktarıdır.

Gerekli malzemeler:

- Cam tartı kaşığı (3 ml hacminde)
- Cam kapaklı balon veya erlenmayerler (250 ml hacminde, çok dikkatle temizlenip kurutulmuş, saf veya kuru karbondioksit veya azot gazı ile doldurulmuş)

Gerekli kimyasallar:

- Kloroform (içinden kuru karbondioksit veya azot gazı geçirilerek oksijenden tamamen arıtılmış)
- Asetik asit (buzlu, kloroformda olduğu gibi arıtılmış)
- Potasyum iyodür çözeltisi (doymuş, içinde iyot veya iodat bulunmayan saf potasyum iyodür ile hazırlanmış)
- Sodyum tiyosülfat çözeltisi (0.002 N veya 0.01 N ayarlı)
- Nişasta çözeltisi (1 g çözünen nişasta az miktarda su ile iyice karıştırılır, 100 ml'ye sulandırılır, kaynamaya kadar ısıtılır ve oda sıcaklığında soğutulur.)

Deneyin yapılışı:

Numune tahmin edilen peroksit sayısına göre ařağıdaki tabloda belirtilen miktarda ve 0.001 g duyarlılıkta yağ, cam tartı kaşığı şişe içine yerleştirilir. Üzerine 10 ml kloroform ilave edildikten sonra şişe hızla çalkalanarak yağ çözülür ve sıra ile 15 ml asetik asit ve 1 ml KI katılır, şişe hemen kapatılarak bir dakika müddetle çalkalanıp 5 dakika karanlıkta tutulur. Bu müddet sonunda 75 ml su katılıp serbest hale geçen iyot niřasta çözeltilisine karşı, beklenen peroksit sayısı 100 den az ise 0.002 N veya 100 veya daha fazla ise 0.01 N sodyum tiyosülfat çözeltilisi ile titre edilir.

Beklenen peroksit sayısı

150'e kadar

150 – 250

250 – 400

400 – 700

Alınacak numune miktarı

2.0-1.2 g

1.2-0.8 g

0.8-0.5 g

0.5-0.3 g

Hesaplama:

$$\text{Peroksit sayısı} = 8000 \frac{a \cdot N}{P}$$

a: Harcanan sodyum tiyosülfat (ml)

N: Na-tiyosülfatın normalitesi

P: alınan numune miktarı (g)

PEROKSİT SAYISI TAYİNİ (2. yöntem)

Tanım: Metod, peroksitlerin etkisi ile potasyum iyodürden açığa çıkan iyodun tiyosülfatla titre edilmesi esasına dayanır.

Gerekli malzemeler:

- Cam kapaklı 1000 ml'lik kontrollü ölçü balonu
- 25 ml'lik kontrollü bir pipet
- 5 ml'lik ve 10 ml'lik birer pipet
- 0.1 ml dereceli, kontrollü büret

Gerekli kimyasallar:

-%99'luk glasyal asetik asit (analitik saflıkta)

-Kimyaca saf kloroform

-Potasyum iyodür (analitik saflıkta)

-Suda çözünen saf nişasta

Duyarlık deneyi: 1 g nişasta az miktarda soğuk süt ile bulamaç yapılır. Karıştırılarak üzerine 200 ml kaynar su katılır. Bu çözeltilerden 5 ml alınarak 100 ml damıtık su içine konur, 0.05 ml 0.1 N iyot çözeltisi katıldıkça meydana gelen koyu mavi renk 0.05 ml 0.1 N sodyum tiyosülfatla kaybolmalıdır.

- Sodyum tiyosülfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) (analitik saflıkta)
- Potasyum bikromat (analitik saflıkta)
- Hidroklorik asit (analitik saflıkta)

Çözeltiler:

-Asetik asit-kloroform karışımı (hacim olarak 3/2)

-Suda çözünmüş potasyum iyodür çözeltisi (taze hazırlamalıdır)

-%15'lik potasyum iyodür çözeltisi (15 g potasyum iyodür damıtık suda çözülerek 100 ml'ye tamamlanır)

-% 1'lik nişasta çözeltisi (1 g nişasta az miktarda su ile bulamaç yapılır, 100 ml kaynar su ile karıştırılıp soğutulur)

-0.1 N potasyum bikromat çözeltisi (4.9035 g ince toz edilmiş ve kurutulmuş potasyum bikromat bir litrelik ölçü balonunda damıtık suda çözülerek litreye tamamlanır)

-0.1 N sodyum tiyosülfat çözeltisi [24.8 g ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) kaynatılmış ve soğutulmuş damıtık suda çözülerek bir litreye tamamlanır. Bir hafta bekletildikten sonra 0.1 N potasyum bikromatla aşağıdaki şekilde ayarlanır. 25 ml 0.1 N potasyum bikromat çözeltisi pipetle duyarlı olarak alınıp bir erlene konur. Üzerine 5 ml hidroklorik asit ve 10 ml %15'lik potasyum iyodür çözeltisi katılarak karıştırılır. Kabın ağzı kapatılarak ve ışıktan korunarak 5 dakika bekletildikten sonra 100 ml damıtık su katılır. Devamlı çalkalamak suretiyle, sarı renk hemen hemen kayboluncaya kadar tiyosülfat çözeltisi ile titre edilir. Bu sırada 1-2 ml nişasta çözeltisi konup meydana gelen mavi renk kayboluncaya kadar daha yavaş olarak titrasyona devam olunur. Tiyosülfat çözeltisinin konsantrasyonu, aşağıdaki formüle göre normalite olarak gösterilir.

Tiyosülfat çözeltisinin normalitesi= $2,5/\text{titrasyonda harcanan ml sodyum tiyosülfat çözeltisi}$

-0.01 N sodyum tiyosülfat çözeltisi (0.1 N sodyum tiyosülfat çözeltisinden 100 ml bir ölçü balonu ile alınarak 1 L'lik ölçü balonuna kantitatif olarak akıtılır. Kaynatılmış ve soğutulmuş damıtık su ile litreye tamamlanır.

Deneyin yapılışı:

5.00±0.05 g yağ numunesi 250 ml'lik erlene tartılır, üzerine 30 ml asetik asit kloroform karışımı konur, yağ çözününceye kadar karıştırılır. 0.5 ml doymuş potasyum iyodür çözeltisi dereceli pipetle konur. Arada bir çalkalamak suretiyle tam iki dakika bırakılır. 30 ml damıtık su konur. Devamlı ve kuvvetli çalkalanarak 0.1 N sodyum tiyosülfat ile sarı renk hemen hemen kayboluncaya kadar titre edilir. Bu sırada 0.5 ml nişasta çözeltisi katılır.

Erlen kuvvetle çalkalanarak kloroform fazındaki iyot tamamen sulu tabakaya geçinceye ve artık mavi renk kalmayınca kadar titrasyona devam olunur. Eğer titrasyonda sarfedilen tiyosülfat 0.5 ml'den az olursa deney 0.01 N sodyum tiyosülfatla tekrarlanır. Çözeltilerin kontrolü aynı şekilde bir şahit deneyle günlük olarak yapılır. Bu şahit deneyde harcanan 0.1 N sodyum tiyosülfat miktarı 0.1 ml'yi geçmemelidir.

Hesaplama:

$$\text{Peroksit sayısı (meq/kg yağ)} = \frac{\text{harcanan ml sodyum tiyosülfat} * \text{N} * 1000}{\text{Tartılan yağ miktarı (g)}}$$

N: sodyum tiyosülfat çözeltisinin normalitesi

ÖZGÜL ABZORBANS

Zeytinyağların 232nm ve 270 nm de ölçülen özgül abzorban değerleri, oksidasyona dayanıklılığın ölçütü olup K270 değeri de bize tağşişle ilgili ipucu veren değerlerdir. K232 hidroperoksit ve konjuge dienleri, K270, karbonil bileşenler ve konjuge trienlerin göstergesidir.

0,25 g süzgeç kağıdından süzölmüş numune, 25 ml balonjojede siklohegzanla çözülr. Hızlı karıştırmalarla, 1cm kuvartz küvette siklohegzana karşı, 232, 266, 270, 274 nm de çok hızlı hareket ederek spektrofotometrede ölçümler yapılır. Okutma sırasında beklemler yapmak yüksek deęer okumamıza neden olacak bu da yanlış sonuç almamıza neden olacaktır.

Çıkan sonuçlar aldığımız numune miktarının 4 katına bölünerek K232, K266, K270, K274 deęerleri bulunmuş olur.

$$\Delta K: K270 - (K274 + K266) / 2$$

Rafine yađ tađđiđi yapılmıđ sızma zeytinyađlarında mutlaka K270 deđeri artar, Rafine, riviera zeytinyađına prina yađı veya bitkisel yađ karıđtırılmıđsa mutlaka K270 deđeri artar. Peroksit deđeri ylıksek olan sızma zeytinyađlarında K232 deđeri ylıksek, limit dıđı ıkar.

UV ışıkta özgül soğurma

Çok kullanılan bir kalite belirleme yöntemidir. Dien konjuge bileşiklerinin 232 nm ve trien konjuge bileşikleri ise 270 nm'de ışığı absorbe etmektedirler. Söz konusu ürünler, ya oksidasyon ya da rafinasyonda (ağartma ve deodorizasyonda) oluşabilmektedir.



Sayı : 64194554-010.05/333
Konu : TGK-Zeytinyağı ve Pirina Yağı
Tebliği (Özel Hüküm Uygulama
Talimatı)

2010



BALIKESİR VALİLİĞİNE
(İl Gıda, Tarım Ve Hayvancılık Müdürlüğü)

Bilindiği üzere TGK-Zeytinyağı ve Pirina Yağı Tebliği'nin (R.G:7/10/2010-27665) 6. maddesinde yer alan "Yurt içinde üretilen zeytinyağının klimatolojik ve agronomik koşullarına göre sterol kompozisyonunda Delta-7-stigmastenol ve toplam sterol içerikleri ile ultraviyole ışığında özgül soğurma kriterlerinde oluşabilecek değişiklikler Zeytinyağı Komisyonu tarafından belirlenir. Özel hükümler ithalatta uygulanmaz." hükmü ve Ek-1'nin 4 no'lu dip notunda yer alan "yurtiçinde üretilen zeytinyağının klimatolojik ve agronomik koşullara göre özelliklerinde oluşabilecek değişiklikler, zeytinyağı komisyonu tarafından zeytin üretim bölgelerinden gelen izleme çalışmalarının değerlendirilmesiyle belirlenir" hükmü gereğince zeytinyağında yukarıda bahsedilen koşullara bağlı olarak gelişen değişimler için Tebliğ hükümlerinden farklı olarak, üretim sezonunda yaşanan sorunların çözümüne yönelik geçici düzenlemeler yapılabilmektedir.

Bakanlığımıza, 2013/2014 dönemi için riviera ve rafine zeytinyağlarının UV'de özgül soğurma (270 nm) değerlerinin Tebliğ değerlerinden sapma gösterdiği yönünde talepler iletilmiştir. Buna istinaden yukarıda bahsedilen hüküm çerçevesinde Zeytinyağı Komisyonu 13.11.2014 ve 18.12.2014 tarihlerinde toplantılar yapmış ve UV'de özgül soğurma değerleri için Ulusal Zeytin ve Zeytinyağı Komisyonu tarafından derlenen sonuçlar değerlendirilmiştir. Toplantıda yapılan değerlendirme sonucunda; "UV'de özgül soğurma (270 nm) değerinin; 2015 yılı sonuna kadar üretilen riviera zeytinyağında en fazla 1,15, rafine zeytinyağında ise en fazla 1,25" olarak uygulanmasına karar verilmiştir. TGK-Etiketleme Yönetmeliği'nde üretim tarihinin yazılmasının zorunlu olmaması nedeniyle bu değer, tavsiye edilen tüketim tarihi 1/1/2017'ye kadar olan ürünler için uygulanacaktır.

Bilgilerinizi ve gereğini rica ederim.

Gıda, Tarım ve Hayvancılık İl Müdürlüğü

19/05/2015

Prof. Dr. İrfan EROL
Bakan a.
Genel Müdür

DAĞITIM:
81 İl Valiliğine (Gıda, Tarım ve Hayvancılık İl Müdürlüğü)

UV ışıktta özgül soğurma

% 1'lik zeytinyağı çözeltisi hazırlanır.

1 cm'lik küvetler kullanılarak A değerleri ölçülür.

ΔE değeri ise aşağıdaki formülden hesaplanır.

$$\Delta E = K_{m-} \frac{K_{m-4} + K_{m+4}}{2}$$

m : ışık dalga boyu

K : yağ çözeltisinin
özgül absorbansı

Zeytinyağlarının 232 ve 270 nm'de ölçülen özgül absorptans değerleri, oksidasyona dayanıklılıklarının bir ölçütü olarak değerlendirilen önemli bir kalite kriteridir.

232 nm'de ölçülen özgül absorptans değeri, oksidasyonun birinci basamağı olan hidroperoksitlerin ve konjuge dienlerin; 270 nm'de ölçülen özgül absorptans değeri de oksidasyonun ikinci basamağı olan karbonilik bileşikler ile konjuge trienlerin göstergesidir.

AE değeri ise zeytinyağlarının asit aktivite ağartma toprakları ile işlenip işlenmediğinin belirlenmesinde kullanılan ve rafine ya da pirina varlığının tespit edildiği önemli bir kriterdir.

Dođal zeytinyađına rafine zeytinyađının karıřtırılıp karıřtırılmadıđını belirlenmesi amacıyla yapılan analizlerden biridir.

ZEYTİNYAĞINA AİT ULTRAVİYOLE İŞİĞİNDA ÖZGÜL SOĞURMA DEĞERLERİ TKG ZEYTİNYAĞI VE PİRİNA YAĞI TEBLİĞİ, 2010/35

Zeytinyağı çeşidi	E (232nm)	E (270 nm)	ΔE
Natürel sızma zeytinyağı	<2,5	< 0.22	<0,01
Natürel Birinci Zeytinyağı	<2,6	< 0.25	<0,01
Rafine Zeytinyağı	-	< 1,10 ⁽⁴⁾	<0,16 ⁽⁴⁾
Riviera Zeytinyağı	-	< 0.90 ⁽⁴⁾	<0,15 ⁽⁴⁾
Rafine Pirina Zeytinyağı	-	< 2,0	<0,20
Pirina Yağı	-	< 1.70	<0,18

SABUNLAŐMAYAN MADDE TAYİNİ

5 g yağ 6,6 g KOH ve 50 ml etil alkolde sabunlaştırılır. Sabunlaştırdıktan sonra dietileter veya petrol eteri ile ayırma hunisinde sıvı sıvı ekstraksiyon ile sabunlaşmayan maddeler solvent kısmına çekilerek, solventin uçurulmasıyla kalan kısmın etüvde sabit tartıma getirilmesidir. Ham prina yağında %3, naturel sızma zeytinyağında % 1,3-1,4, rafine yağlarda %0,8-1 civarında çıkmaktadır. Analizin önemli noktaları hızlı çalkalama, etüvde sabit tartıma getirilmesi ve sabunlaşmayan maddenin berrak görülmesidir.

Sabunlaşmayan madde miktarı

Zeytin yağı sadece fiziksel yöntemlerle elde edildiğinden, sabunlaşmayan madde miktarı pirina yağından çok düşüktür.

Ayrıca, zeytin yağına ilave edilen mineral yağlar da bu değeri yükseltmektedir.

Tanım: Sabunlaşmayan maddeler, yağda çözünen fakat kostik alkalilerle sabunlaşmayan ve bilinen yağ çözücülerle çözünen maddelerdir. Bunlar yüksek alifatik alkoller, steroller, pigmentler ve hidrokarbonlardan ibarettir. 100 g yağda g olarak gösterilir.

Gerekli malzemeler:

500 ml'lik ayırma hunisi, cam kapaklı

200 ml'lik erlen

Cam hava soğutucusu (yaklaşık olarak 1 cm çapında ve 70 cm uzunlukta)

Su banyosu veya elektrik ocağı

Gerekli kimyasallar:

%95'lik etil alkol

Etil eter

Çözeltiler:

%95'lik etil alkolde potasyum hidroksit çözeltisi

1 N hidroklorik asit çözeltisi

%50'lik etil alkol

%1'lik Helianthin çözeltisi

Deneyin yapılışı:

200 ml'lik erlen içine 5 g numune zeytinyağı duyarlı olarak tartılır. Buna 2 N potasyum hidroksit çözeltisinden 50 ml katılır. Soğutucu takılarak 1 saat kaynatılır. Kaynamaya son verilerek soğutucunun tepesinden 50 ml damıtık su katılır, karıştırılır ve soğutulur.

Balonun içindekiler ayırma hunisine aktarılır. Balon toplam olarak 50 ml kadar eter ile 3 defa yıkanır. Bu yıkama eterleri de ayırma hunisine alınır. Karışım bir dakika kuvvetli çalkalanır. İki faz birbirinden tamamen ayrılincaya kadar bekletilir. Alt tabakayı teşkil eden sabun çözeltisi ikinci ayırma hunisine alınır. Karışım bir dakika kuvvetli çalkalanır. İki faz birbirinden tamamen ayrılincaya kadar bekletilir. Alt tabakayı teşkil eden sabun çözeltisi ikinci ayırma hunisine alınır.

Bu çözelti iki defa 50 şer ml eter ile çalkalanarak yıkanır. Eğer emülsiyon meydana gelirse az miktarda alkol veya derişik potasyum hidroksit çözeltisi katılarak giderilebilir. Her üç eter ekstraktı ayırma hunisinde birleştirilir. Birbiri ardına üç defa 50 şer ml %50'lik etil alkol ile çalkalanarak yıkanır. Eter çözeltisi küçük bir balona aktarılır. Damıtma ile çözücü giderilir.

Balon 100 °C daki kurutma dolabında, yatay durumda 15 dakika kurutulur, desikatörde soğutulur ve tartılır. 15 dakika ara ile yapılan iki tartı arasındaki fark % 0.10 dan az oluncaya kadar kurutma tekrarlanır. Kurutma işlemi 3 defa tekrarlandığı halde değışmez ağırlık elde edilmezse, numune içerisinde tabii olmayan sabunlaşmayan maddelerin bulunduğu kanısına varılır.

Metot esaslarına tam uyularak uygulandığında elde edilen sabunlaşmayan maddede sabun bulunmaz. Sabun bulunmasından doğacak yanlışlığı önlemek için elde edilen sabunlaşmayan madde yakılır. Eğer kül bırakırsa helianthin indikatörü kullanılarak 0.1 N hidroklorik asitle titre edilir. Harcanan her ml 0.1 N asit 0.032 g potas sabununa eşdeğer olur ki ilk tayin edilen sabunlaşmayan madde ağırlığından bu miktar çıkarılır.

Hesaplama:

$$\% \text{ sabunlaşmayan maddeler} = \frac{(a-h*0.032)100}{A}$$

a: Tartılan sabunlaşmayan maddeler

h: Külü nötrleştirmek için harcanan 0.1 N asit çözeltisi, ml

A: Tartılan yağ, g

SAFLIK KRİTERLERİ

BAĞIL YOĞUNLUK

20 °C de belirli hacimdeki yağ ağırlığının aynı sıcaklık ve hacimdeki suyun ağırlığına oranının tespitidir. Tağşiş saptamada belirleyici bir analiz değildir

YOĐUNLUK

Tanım: 20°C de belirli hacimdeki bitkisel yağın ađırlıđının aynı sıcaklık ve hacimdeki suyun ađırlıđına oranıdır.

Gerekli alet ve malzeme:

Su banyosu (20±0.2'ye uyarlanabilmelidir.)

Termometre (Su banyosu için 0.1 veya 0.2°C taksimatlı)

Piknometre (Yaklaşık 50 ml hacimli ve termometreli, cam kapaklı)

Deneyin yapılışı:

Piknometre özellikle yağdan arı olarak iyice temizlenip kurutma dolabına konmaksızın iyice kurutulur ve darası alınır. Taze kaynatılıp soğutulmuş, 15-18°C deki su ile içinde hava kabarcığı kalmayacak şekilde doldurulur ve termometreli kapağı kapatılır. Daha sonra piknometre boğazına kadar su banyosuna daldırılıp 30 dakika müddetle sıcaklığının 20°C'ye gelmesi için bekletilir ve bu arada kılcal borudan taşan su dikkatle giderilir. Kapağı kapatıldıktan sonra su banyosundan çıkarılıp silinerek tamamen kurutulur ve tartılır.

Tartım bitiminde piknometre boşaltılır ve iyice kurutulur. Bundan sonra 15-18°C'ye getirilmiş yağ ile hava kabarcığı kalmayacak şekilde doldurulup kapağı kapatılır ve yine 20°C'lik su banyosuna daldırılmış olarak yarım saat bekletilir. Bu arada kılcal borudan taşan yağ dikkatlice silinir, banyodan çıkarıldıktan sonra iyice kurutulup tartılır. Bütün tarımlar 0.0001 g duyarlılıkla yapılmalıdır.

Hesaplama:

Tartım sonuçlarından yağın özgül ağırlığı aşağıdaki denklem gereğince hesaplanır:

$$\text{Özgül ağırlık} = \frac{(m - a)}{(m_1 - a)}$$

Burada;

a: 20°C de piknometrenin darası

m: 20°C de yağ dolu piknometrenin ağırlığı, g

m₁: 20°C de su dolu piknometrenin ağırlığı, g

KIRILMA İNDİSİ

KIRILMA İNDİSİ NEDİR?

Bir maddenin kırılma indisi, o maddede yol alan ışığın, boşlukta yol alan ışığa göre ne kadar yavaş ilerlediğini gösteren bir katsayıdır.

Kırılma indisi testi ile bitkisel sıvı yağların saf veya karışık olup olmadığı tespit edilebilir ancak, bazı yağların kırılma indisleri birbirine çok yakın olduğundan kolayca tağşiş edilebilmektedir.

Kırılma indisi gerçekte kimyasal değil, fiziksel bir olaydır. Her gün gözümüzün önündedir. Çay bardağına 45° açıyla bakarsanız, çay kaşığının sıvının altına sanki kırılmış gibi görürsünüz.

Olay çok basittir. Suyun içinden geçen ışınlar belli bir açıyla kırılırlar ve cisim sanki farklı yerdeymiş gibi görünür. Işığın bu kırılmasına inceleyen bilim adamları, yalnızca suyun değil, tüm sıvıların ışığı kırıldığını ve bunun o maddenin bir özelliği olduğunu bulmuşlar ve bunu kırılma indisi demişlerdir.

Gliserinin, etil alkolün, asetonun ve diğer tüm saf sıvı maddelerin kendisine özgü bir kırılma indisi vardır. Öte yandan birden fazla karışımların da kırılma indileri sabit bir sayıdır. Yani %5 şekerli suyun belirli bir kırılma indisi vardır. Buradan kırılma indisinin toplanabilir bir çokluk olduğu ortaya çıkar. Yani örnek olarak kırılma indisi 1 olan bir sıvı ile 2 olan bir başka sıvıyı eşit olarak karıştırırsanız, ürünün kırılma indisi 1,5 olacaktır. Bu olay gerçekte kırılma indisi için ciddi bir sorundur. Bu durumda, kırılma indisi tek başına pek de güvenilir bir kavram değildir. Buna karşın diğer analizlerle birleştirildiğinde çok değerli sonuçlar verir.

Her yağın kendine özgü bir kırılma indisi vardır ve bunu ölçerek tağışı belirleyebiliriz. Ancak doğruluk derecesi fazla değildir. Çünkü her yağın kendisine özgü bir kırılma indisi vardır ama ne yazık ki sabit değildir, yani değişir. Ayrıca, kırılma indisi aynı zamanda sıcaklığın bir işlevidir ve bu nedenle sıcaklıkla değişir.

Tüm değişkenler incelenmiş, yörelere, mevsimlere hatta coğrafi bölgelere göre araştırmalar yapılmış ve zeytinyağının kırılma indisinin 1.4677 – 1.4700 arasında değiştiği bulunmuştur. Bazı durumlarda bu aralık daha da geniş olabilir.

Yağların nasıl tağşış edildiğini anlamak için Türk Gıda Kodeksi'nde belirlenmiş olan bazı bitkisel yağların kırılma indisi ve yoğunluk değerlerine bakılır.

Kırılma indisleri

Ayçiçeđi 1.461-1.468

Kolza 1.465-1.467

Mısır 1.465-1.468

Pamuk 1.458-1.466

Soya 1.466-1.470

Zeytinyađı 1.467-1.470

Palm 1.454-1.456

Yođunluk(g/cm³)

Ayçiçeđi 0.918-0.923

Kolza 0.914-0.920

Mısır 0.917-0.925

Pamuk 0.918-0.926

Soya 0.919-0.925

Zeytinyađı 0.910-0.916

Palm 0.889-0.895

Hilelerin tüketici tarafından fark edilmesi ise neredeyse imkânsızdır. Laboratuvarda dahi kırılma indisi ve yoğunluk gibi basit yöntemlerle tağşiş olup olmadığını kesin olarak belirtmek bu değerlerin yakınlığı nedeniyle güçleşir, kesin bir kanıya varabilmek için yağ asidi kompozisyonlarının belirlenmesi ve kodekstekki yüzdelerle karşılaştırılması gibi daha ileri tekniklere başvurmak gerekir.

Bir ortamın kırılma indisi, ışığın boşluktaki hızının bu ortamdaki hızına oranıdır. Bu oran, havadan numune ortamına giren ışık demetinin düşey düzlem ile meydana getirdiği havadaki ve bu ortamdaki açılarının sinüslerinin oranı olarak ölçülür. Kırılma indisi sodyumun D ışığı kullanılarak ölçülebilirse de genellikle beyaz ışık ile ölçülür, kompensatör yardımı ile sodyumun D ışığına göre düzeltilerek belirtilir. İşaret olarak örneğin D 20 C kullanılır ki bu işaretle n-kırılma indisini, D-sodyumun D ışığına göre verildiğini, 20 C-tayinin bu sıcaklıkta yapıldığını gösterir.

İki prizma arası iyice temizlendikten sonra (alkol eterli pamuk ile silerek) numune ile tamamen doldurulur. Sıcaklığın en az beş dakika deęişmemesi saęlandıktan sonra kırılma indisi virgülden sonra dördüncü haneye kadar okunur. Okumanın yapıldığı sıcaklık standart sıcaklıktan deęişik ise aşığıdaki düzeltme yapılmalıdır.

Zeytinyağının saflığını gösteren fiziksel analizlerden birisidir.
Her yağ çeşitinin kendine özgü bir kırılma indisi aralığı vardır.
Refraktometre kullanılarak saptanır.
Sıcaklıkla değiştiği için sıcaklık önemli bir parametredir.



$$n_t = n_{t1} + (t_1 - t)0,00035$$

t = Standart sıcaklık, 20 C (ya da 40 C)

t_1 = Okumanın yapıldığı sıcaklık, 0 C

n_t = Standart sıcaklıktaki kırılma indisi

n_{t1} = Okunan kırılma indisi

Refraktometrenin kalibrasyonunda saf suyun 20 C da kırılma indisi 1.3330 olmalıdır.

Kolay ve kısa sürmesi nedeniyle eskiden saflık kriteri olarak görülüyordu ama günümüzde belirleyici bir analiz değildir. Hidrojenasyon sonrası, hidrojenasyon derecesini belirlemede kullanılmaktadır.

KIRILMA İNDİSİ TAYİNİ

Tanım: Bir maddenin kırılma indisi ışığın havadaki hızınının madde içerisindeki hızına oranıdır. Her yağın kırılma indisi bazı sınırlar içinde o yağ için karakteristiktir. Bu indis yağların doymuşluk derecesi ile ilgili olmakla beraber serbest yağ asidi, oksidasyon ve ısı ile muamele gibi faktörlerin de etkisi vardır.

Gerekli cihazlar:

Abbe dereceli ve 0.1°C'ye kadar gösteren termometreli standart bir refraktometre

Gerekli kimyasallar:

Toluen, eter gibi prizmayı bozmayan bir yağ çözücüsü

Temiz hidrofil pamuk

Deneyin yapılışı:

Eser rutubet ve tortu maddelerinin giderilmesi için yağ süzgeç kağıdından süzülür. Numune tamamen rutubetsiz olmalıdır. Gerekirse susuz sodyum sülfat üzerinden süzülür.

Deneyin yapılışı sırasında cihazın sıcaklık derecesi 20°C (±1) olmalıdır.

Prizmalar tamamen temiz ve kuru olmalıdır. Cihazın prizması üzerine prizmalar arasını tamamen kaplayacak şekilde bir iki damla zeytinyağı damlatılıp kapatılır. Prizmadaki numunenin aletin sıcaklık derecesine gelmesi için iki dakika kadar beklenir.

Cihaz ve ışık kaynağı net bir okumayı sağlayacak şekilde ayarlanır. İki okuma yapılarak bulunan indislerin ortalaması alınır.

Sıcaklık derecesine göre düzeltme:

$$R=R'+K(T'-T)$$

R: 20°C'deki kırılma indisi

R': T' sıcaklık derecesinde okunan kırılma indisi

T': R' nün okunduğu sıcaklık derecesi

K: Abbe için 0.00035, bütirefraktometre için 0.58

Tolerans: paralel tayinlerinde 0.0002'yi geçmemelidir.

SABUNLAŞMA SAYISI

1 gr yağın sabunlaşması için gerekli olan potasyum hidroksitin mg olarak ağırlığının tespit etmektir.

2 gr kadar numune 0,001 g duyarlıkla balonun içine tartılır. Üzerine tam 25 ml 0,5 N etanollü KOH çöz. katılır. Geri soğutucuya bağlanır. Zaman zaman karıştırılmak üzere yavaşça kaynatılır. 60 dk süre ile kaynatıldıktan sonra 4-5 damla fenolftalein çözeltisi katılarak sıcak sabun çözeltisi 0,5 N HCl çözeltisi ile titre edilir. Etanollü KOH çözeltisi ile bir tanık deney de yapılmalıdır.

Sabunlaşma Sayısı = $(V2-V1)/m \times 28.05$ mg KOH / gr yağ

Sabunlaşma sayısı analizi yerine yağ asitleri kompozisyonu da yapılarak formüle

Palmitic, Stearic, Oleic, Linoleic, Linolenic yağ asitleri değeri konarak daha sağlıklı sonuç elde edilmektedir.

1 g yağda bulunan serbest asitlerle gliserinin sabunlaşması sırasında açığa çıkan serbest yağ asitlerini nötrleştirmek için gereken mg cinsinden KOH miktarıdır.

Bu analiz Türk Gıda Kodeksi Zeytinyağı ve Pirina Yağı Tebliğine göre kalite kriteri olarak belirtilirken IOOC standartlarında saflık kriteri olarak yer almaktadır.

Sabunlaşmayan madde, yağda çözünmüş halde olup sabunlaşmadan sonra suda çözünmeyen, sadece analizde kullanılan çözücüde maddeler toplamıdır.

Temel prensip, yağın alkolde hazırlanmış baz çözeltisi ile sabunlaştırılması sabunun çözücü ile birkaç kez ekstraksiyonu ve yıkanan ekstraktın kuruyuncaya kadar buharlaştırılmasıdır (steroller alifatik alkoller pigmentler hidrokarbonlar).

SABUNLAŐMA SAYISI TAYİNİ

Tanım: SabunlaŐma sayısı, 1 g yađın sabunlaŐması için gerekli mg potasyum hidroksit miktarıdır.

Gerekli malzemeler:

250-300 ml'lik alkaliye dayanıklı erlen

En az 650 mm uzunluğunda hava soğutucusu, cam alıştırılmalı olanlar tercih olunur.

Su banyosu veya ayarlı elektrik ocağı

Gerekli kimyasallar:

Potasyum hidroksit (analitik saflıkta)

Hidroklorik asit (saf)

% 95'lik etil alkol

Fenolfitalein

Çözeltiler:

Tam olarak ayarlanmış 0.5 N hidroklorik asit

Potasyum hidroksit çözeltisi: 5-10 g potasyum hidroksit iki litrelik balona konarak üzerine 1-1.5 litre %95'lik etil alkol konur. Bir dik soğutucu altında su banyosunda 30-60 dakika kaynatılır. Sonra alkol damıtılarak toplanır. Bu sırada ilk geçen 50 ml atılır.

Mümkün olduğu kadar karbonatı az olan 40 g potasyum hidroksit bir litre mutlak alkolde çözülür. Bu sırada sıcaklığın 15.5 °C'nin altında tutulması ve karanlıkta saklanması lazımdır. Bu çözelti saydam kalmalıdır.

Fenolfitalein indikatörü: %95'lik alkoldeki %1'lik çözeltisi

Deneyin yapılışı:

Zeytinyağı süzgeç kağıdından süzülerek eser rutubeti ve bulanıklık maddeleri giderilir. Numune tamamen kuru olmalıdır.

2 g yağ 0.1 mg duyarlılıkta tartılıp üzerine 25 ml potasyum hidroksitin alkoldeki çözeltisi bir pipetle katılır. Pipet boşaltıldıktan sonra belli bir müddet sızmaya bırakılır.

Hava soğutucusu erlene takılır, zaman zaman karıştırılarak ve hafif fakat devamlı olarak 30 dakika kaynatılır. Hava soğutucusundaki buhar halkasının soğutucunun tepesine kadar çıkmamasına dikkat edilmelidir. Aksi halde kayıp verebilir.

Erlenin içindekiler pelteleşmeyecek kadar soğutulduktan sonra soğutucunun iç kısmı tepesinden dökülen az miktarda damıtık su ile erlen içerisine yıkanır soğutucu çıkartılır, indikatör olarak 1 ml fenolfitalein çözeltisi ilave olunur. Ve pembe renk yaklaşık 5 saniyede kaybolacak şekilde 0.5 N hidroklorik asit ile titre edilir.

Hesaplama:

$$\text{Sabunlaşma sayısı} = \frac{28,05 * (K-Y)}{\text{Alınan numune (g)}}$$

K: Şahit deneyin titrasyonunda harcanan 0.5 N hidroklorik asit, ml

Y: Yağlı deneyin titrasyonunda harcanan 0.5 N hidroklorik asit, ml

İYOT SAYISI

Bitkisel ve hayvansal yağlarda, İyot sayısı yağların doymamışlık ölçüsü olup, bir gram numunenin absorpladığı santigram (cg) iyot olarak tanımlanır.

İyot monoklorürün deney numunesine bağlanması ve belirtilen süre sonunda arta kalan iyot monoklorürün KI çözeltisiyle indirgenmesiyle açığa çıkan iyotun sodyumtiyosülfat ile titrasyonudur.

0,25-0,3 g numune + 15 ml CCl₄ + 25 ml Wijs çözeltisi(asetik asit+CCl₄+ICl₃+ Toz iyot)

1 saat karanlıkta bekletilir, %10 KI dan 20 ml konur, 150 ml su, nişasta indikatörü konarak 0,1 N Na₂S₂O₃ ile beyaz olana kadar titre edilir. Aynı işlemler numune olmadan da yapılır.

İyot Sayısı: (Şahit – Numune) x 1,269 x Faktör /Numune(g)

İyot analizi yerine de yağ asitleri kompozisyonu yaparsanız titrasyon yöntemiyle yapılan sonuca yaklaşık değer çıkar.

Yağların ve yağ asitlerinin doymamışlık derecelerinin belirlenmesi ilkesine dayanır.

İyot sayısı, ağırlık olarak yüz kısım yağın belli koşullarda bağlayabildiği iyodun ağırlığını vermektedir.

İYOT SAYISI TAYİNİ

Tanım: İyot sayısı 100 kısım yağın denem şartları altında bağıdığı iyot miktarının kısım olarak ifadesidir. Bu değer yağların doymamışlık ölçüsüdür.

Gerekli malzemeler:

-Örnek kapları

-Büret

-Pipetler (15, 20-25 ml'lik)

-Erlenmayer (250 veya 300 ml'lik cam kapaklı ve ağzı traşlı)

Gerekli kimyasallar:

-%10'luk potasyum iyodür çözeltisi (çözelti içinde serbest iyot ve iodat bulunmamalıdır)

-0.1 N sodyum tiyosülfat çözeltisi

-Buzlu asetik asit

-Karbon tetraklorür

-İyot

-Wijs çözeltisi

-%1'lik nişasta çözeltisi

-İyot monoklorür veya iyot triklorür

Deneyin yapılışı:

- Analiz yapılacak örneği not 3'de belirtilen miktarda örnek kabının içine 0.001 g duyarlılıkla tartınız.
- Örnek kabını erlenmayer içine koyup üzerine yağın çözünmesi için 15 ml karbon tetraklorür koyup çalkalayınız.
- 25 ml wijs çözeltisini ilave ediniz. Erlenmayerin kapağını kapatarak yavaşça çalkayınız, eğer iyot sayısı 150 nin altında ise 1 saat, iyot sayısı 150 nin üzerinde ise ve polimerize veya okside yağlarda ise 2 saat karanlık bir yerde bekletiniz.
- Bu sürenin sonunda 20 ml potasyum iyodür çözeltisi ve 150 ml su koyunuz.
- 1 ml nişasta çözeltisi ilave edildikten sonra 0.1 N sodyum tiyosülfat çözeltisi ile titre ediniz.
- Titrasyon sırasında renk açıldıktan sonra erlenmayerin kapağını kapatıp zaman zaman şiddetlice çalkalayınız. Kapağı erlen içine damıtık su ile yıkayınız.
- Erlenmayer içindeki sıvı beyaz hale gelinceye kadar titrasyona devam ediniz.,
- Aynı işlemleri bir de şahit deneme için yapınız.(Yağsız deneme)

Hesaplama:

$$\text{-İyot sayısı} = \frac{V_2 - V_1}{P} * 1.269$$

P: örnek ağırlığı

V_1 : Örneğe harcanan 0.1 N sodyum tiyosülfat çözeltisi miktarı (ml)

V_2 : Şahit için harcanan 0.1 N sodyum tiyosülfat çözeltisi miktarı (ml)

Notlar:

1. Wijs çözeltilisinin hazırlanışı

a. İyot triklorür ile; 9 g iyot triklorür tartılır. Bir kahverengi şişeye konur. 700 ml susuz asetik asit ve 300 ml karbon tetra klorür aynı şişeye konarak çalkalanır ve ağzı plastik veya lastik tıpa ile kapatılıp karanlıkta muhafaza edilir.

b. İyot monoklorür ile; 19 g iyot mono klorür, 700 ml asetik asit 300 ml karbontetra klorürden meydana gelen 1,1 lik karışım içinde çözülür ve kahverengi şişelerde saklanır. Her iki türlü hazırlanan çözelti aşağıdaki metotta anlatıldığı şekilde halojen kontrolüne tabi tutulmalıdır. Wijs çözeltisinde halojen miktarı kontrolü şu şekilde yapılır: 5 ml Wijs çözeltisi, 5 ml potasyum iyodür, 30 ml saf su katılıp birkaç damla nişasta çözeltisinden ilave edildikten sonra, sodyum tiyosülfat ile titre edilir. Çözeltinin kalan kısmına 10 g toz iyot katıldıktan sonra çalkalanarak çözünür. Çözeltide bulunan halojen miktarı yukarıdaki gibi yeniden tayin edilir. 5 ml çözelti için harcanan 0.1 N sodyum tiyosülfat çözeltisi ile tayindekinin 1.5 katı olmalıdır. Bu sınırın altında kalması halinde az miktarda iyot katılarak 1.5 kat sınırı hafifçe aşılmalıdır. Böylece yan reaksiyonlara yol açacak eser miktarda bile olsa iyot triklorür kalmaması bağlanmış olur.

2. Deneyde kullanılan buzlu asetik asit ve karbon tetra klorür oksitlenebilir maddeler bakımından kontrol edilmelidir. Bunun için 10 ml çözeltiye 1 ml doymuş potasyum dikromat çözeltisi ve 2 ml derişik sülfirik asit katılarak kuvvetlice çalkalanır. Sonuçta çözelti rengi yeşil olmamalıdır.

3. Tahmini iyot değeri

Alınacak örnek miktarı

5 den küçük

3.00

5-20

1.00

21-50

0.60

51-100

0.30

101-150

0.20

151-200

0.15

YAĐ ASİTLERİ KOMPOZİSYONU

0,5 ml yağ, 1 ml 2N metanollü KOH ve 7 ml Heptan santirfüj t p nde alkalanır.  st fazdan 1 mikrolitre GC ‘ye enjeksiyon yapılır.

Sızma zeytinyađına rafine zeytinyađı katılması trans Oleic, trans Linoleic ve trans Linolenic artmasına neden olacađı iin tađıřıř saptamada belirlidir.

Bitkisel yağların zeytinyađına ancak y ksek orandaki tađıřıřı, yağ asitleri kompozisyonu analizi ile ortaya ıkar.

G ney zeytinyađlarında, palmitik, oleik, linoleik yağ asit dađılımı diđer zeytinyađlarından farklı olduđu iin, tađıřıř olarak g r lmemelidir.

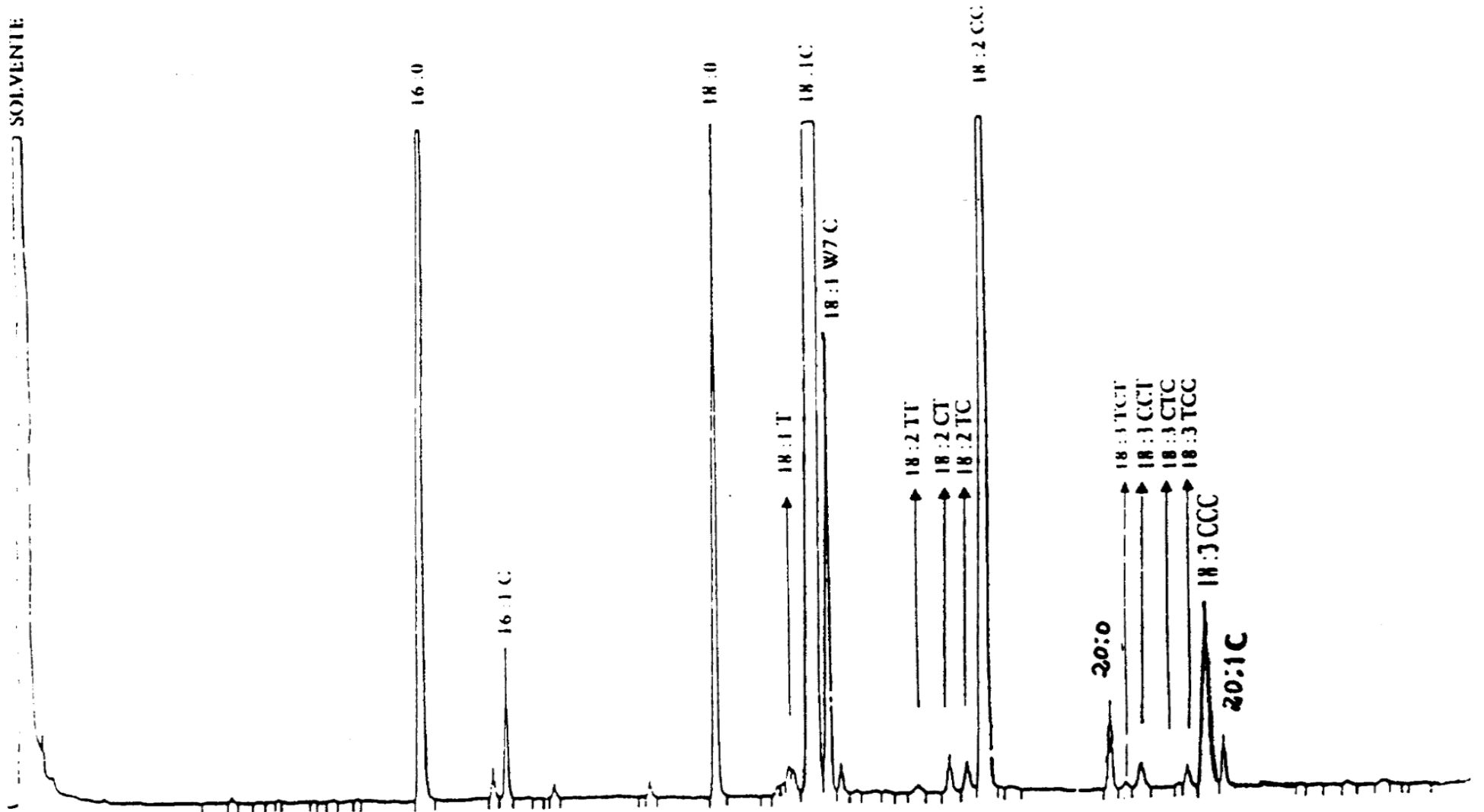
Saflık kriterlerinden biri olup; diđer bitkisel yağlarla yapılan karışımların tespit edilmesinin yanı sıra zeytinyağının meyvesinin ve yetiştirildiđi bölgenin de ayrımı yapılabilmektedir.

Dođal zeytinyağlarında tüm yağ asitlerinin dođal bir sıralanışı vardır ama rafine işlemlerinden (yüksek ısı ve basınca maruz kalması) geçmiş yağlarda, yağ asitleri (*cis*) şeklinden (*trans*) şekline dönüşürler.

Zeytinyağında oleik, linoleik, palmitik, stearik ve palmitoleik asit miktarları yüksek oranda bulunmaktadır.

Buna karşın linoleik, miristik, araşidik, gadoleik, behenik asit lignoserik asit miktarının yüksek çıkması durumunda diğer bitkisel yağların karıştırıldığının göstergesidir.

Ancak günümüzde yüksek oleik asit içerikli ayçiçeği kolza yağı üretimi söz konusudur, bu da yağ asitleri kompozisyonunun tağşışın belirlenmesinde önemini yitirmesine sebep olmaktadır.



SOĞUK SIKIM ZEYTİNYAĞI KOMPOZİSYONU

Analysis Date & Time : 17.11.2009 09:21:35

User Name : Admin

Vial# : 1

Sample Name : soguk sikma zeytinyag ihracat

Sample ID : soguk sikma zeytinyag ihracat

Sample Type : Unknown

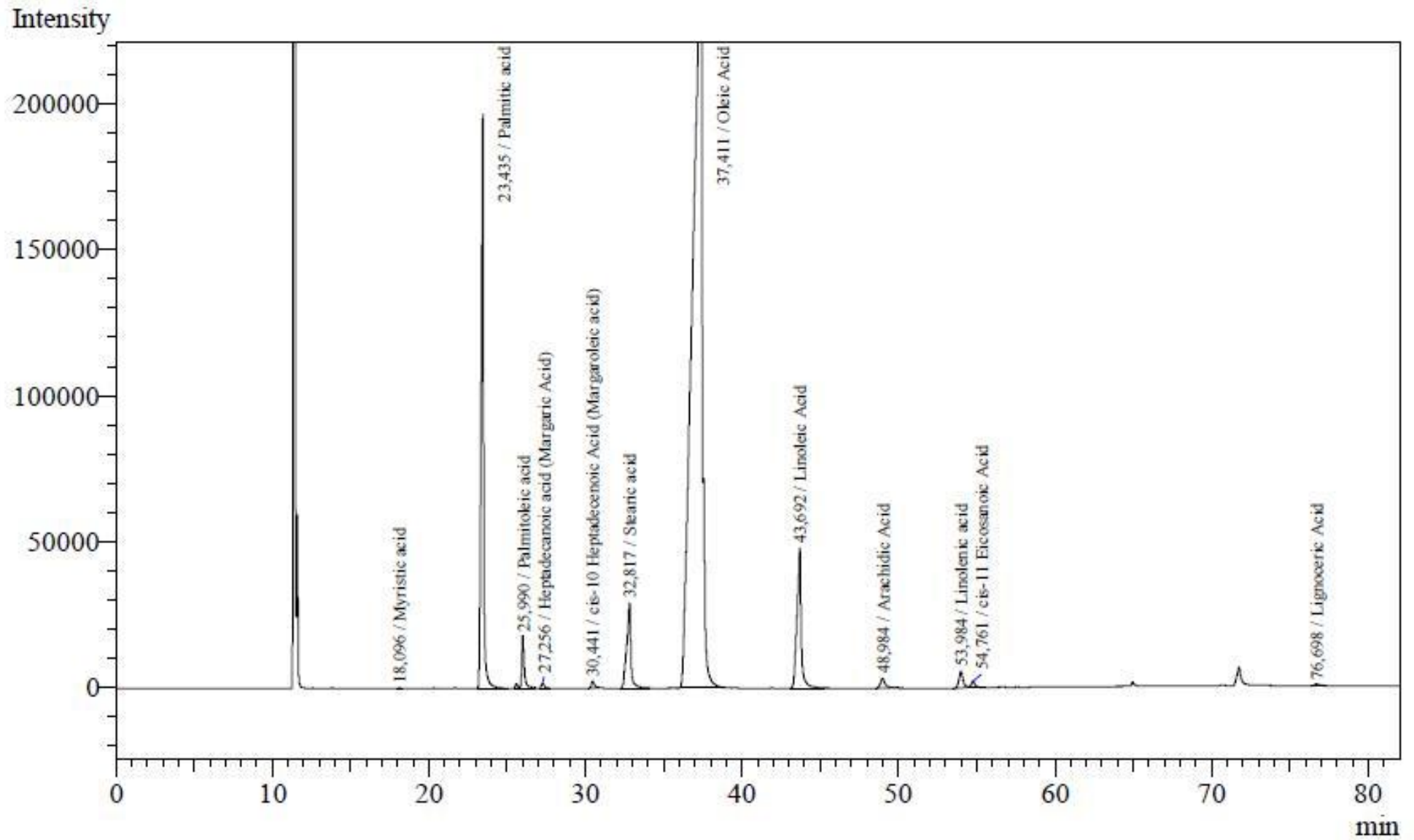
Injection Volume : 1,00

ISTD Amount :

Data Name : C:\GCsolution\Data\datalar\girdiler\kasım\yeni metod\soguk sikma zeytinyag ihracat.gcd

Method Name : C:\GCsolution\Data\100 m kolon supelco\FAME-supelco-100m RT.gcm

Peak#	Ret.Time	Area	Height	Conc.	Unit	Mark	ID#	Cmpd Name
1	18,096	1184	196	0,008	%		7	Myristic acid
2	23,435	2108058	196537	13,798	%		11	Palmitic acid
3	25,990	210486	17906	1,378	%		12	Palmitoleic acid
4	27,256	20205	1417	0,132	%	S	13	Heptadecanoic acid (M
5	30,441	31653	2275	0,207	%	S	14	cis-10 Heptadecenoic A
6	32,817	534662	29193	3,499	%		15	Stearic acid
7	37,411	11242239	267978	73,583	%		17	Oleic Acid
8	43,692	904768	48049	5,922	%		19	Linoleic Acid
9	48,984	71397	3456	0,467	%		20	Arachidic Acid
10	53,984	104640	5717	0,685	%		21	Linolenic acid
11	54,761	38482	2237	0,252	%	V	22	cis-11 Eicosanoic Acid
12	76,698	10594	622	0,069	%		25	Lignoceric Acid
Total		15278368	575583					



TRİGİLİSERİD KOMPOZİSYONU

Bitkisel yağlarda ve zeytinyağında trigliserid kompozisyonu 42 karbondan başlayıp 52 karbondan bitmektedir. Trigiseridin diğer adı da trilinoleindir, yani gliserol köküne üç tane linoleik asidin bağlanmasıdır. Bu oran zeytinyağında çok düşüktür. Sızma zeytinyağında 0,10-0,17 civarındayken ayçiçeği yağında 22,02'dir. Düşük oranda bitkisel yağ taşıması bu değeri yükseltmektedir. Trilinolein değerinin limiti yoktur ancak 0,25 in üstüne çıkmasında o yağdan şüphelenmek gerekmektedir ve hemen sterol kompozisyonu analizi yapmak gerekmektedir.

Yine güney yağlarında trilinolein değeri 0,30-0,50 arasında değişmektedir ancak ECN 42 değeri hesaplandığında bu değer limit içinde çıkmaktadır.

Bu analiz HPLC ile yapılmaktadır. =0,5 g yağ, 10 ml asetonda çözülerek, mobil fazın aseton ve asetonitril olduğu HPLC ye enjeksiyonu yapılır. Bu analiz yaklaşık 45 dakika sürmektedir. Tağış saptamada ilk yapılan analizdir.

Bir karışımdaki bileşenlerin birbirinden ayrılmasını gerçekleştiren yöntemlerin genel adıdır.

Genellikle belli uzunluktaki bir kolon, bir dolgu maddesi ile doldurulur ve bu madde sabit faz adını alır. Örnek, kolonun bir ucundan bırakılır ve öteki ucuna kadar hareketli bir faz ile taşınır. Dolgu maddesi ile etkileşme nedeniyle örnekteki bileşenler değişik sürelerde kolonu terk ederler. Örnekteki bileşenlerin sabit faz ile hareketli faz arasındaki dağılımı X bileşeni için $X_h = X_s$ dengesine ulaştıktan sonra iki fazdaki derişimlerin oranına dağılma katsayısı denir.

SIVI KROMATOĞRAFİSİ

Hareketli fazın sıvı olduđu bu kromatografi türünde sabit faz bir dolgu maddesi üzerine tutturulmuş sıvı film ise bu kromatografi türüne sıvı-sıvı kromatografisi denir. Hareketli ve sabit fazdaki sıvıların polarlıkları farklı olmalıdır. Genellikle hareketli faz olarak hegzan gibi apolar bir sıvı, dolgu maddesi olarak etilen glikol gibi polar bir sıvı kullanılır. Bunun tersi özellikte sıvılar kullanılırsa buna ters faz sıvı-sıvı kromatografisi denir. Sabit sıvı faz süzgeç kağıdına emdirilmiş ve bu kağıt kolon olarak kullanılırsa bu kromatografi türü kağıt kromatografisi adını alır. Kağıt kromatografisinde hareketli sıvı faz kağıt üzerinde kılcallık etkisiyle ilerler.

GAZ KROMATOĞRAFİSİ

Bir karışımda gaz halinde bulunabilen veya kolaylıkla buharlaştırılabilen bileşenlerin birbirinden ayrılması amacıyla kullanılan kromatografi yöntemlerinin genel adıdır.

Hareketli faz He, N₂ veya Ar gibi bir gaz olup taşıyıcı gaz olarak tanımlanır. Kolondaki sabit faz silika, alümina veya aktif C gibi bir katı madde ise yönteme *gaz-katı kromatografisi* denir.

Bileşenlerin bu yöntemde ayrılması katı yüzeyinden adsorplama ilgilerinin farklı olmasından ileri gelir. En çok kullanılan türünde sabit faz kiezelguhr gibi inert bir katı dolgu maddesi üzerinde tutulmuş uçucu olmayan bir sıvı filmi olup buna *gaz-sıvı kromatografisi* denir.

13.ECN 42 FARKI

Yağ asitleri kompozisyonu ve trigliserid kompozisyonundan hesaplanan, tağışış belirlemede kullanılan önemli bir deęerdir.

$$ECN=KARBON SAYISI-2*\u00c7IFT BAĖ SAYISI$$

Orneęin

$$ENC42= 18*3- (2*(2+2+2)) = 42 LLL$$

$$ECN44= 18*3- (2*(1+2+2)) = 44 OLL$$

ECN 42 deęeri hesaplanmasının \u00e7ok uzun bir y\u00f6ntemi vardır, ama excelde hesaplama y\u00f6ntemi oluřturarak \u00e7ok kolaylařtırılabilir.

Δ ECN42 -Gerçek ve Teorik ECN42 Trigliserit İçeriği Arasındaki Maksimum Fark:

ECN kavramı eş değer karbon sayısını ifade etmektedir.

ECN = Karbon sayısı – Çift bağ sayısı

Zeytinyağlarının doymamış yağ asitlerince zengin tohum yağları ile tağşişinin belirlenmesinde kullanılmakta ve zeytinyağlarında tağşişin tespit edilmesinde kullanılan analizlerin başında gelmektedir.

Δ ECN42 Eş değer karbon ağırlığı 42 olan trigliseritlerin yağ asidi kompozisyonunda hesaplanan teorik ve gerçek gliserit kompozisyonu yoluyla bulunan gerçek miktarları arasındaki farktır.

Δ ECN42

3 aşamada tespit edilir:

Gaz kromatografisi ile yağ asitleri kompozisyonunun belirlenmesi

ECN42 ile trigliseritlerin teorik kompozisyonlarının hesaplanması

HPLC ile ECN42 ile trigliseritlerin belirlenmesi

Eşdeğer Karbon Sayısı 42 olan Trigliseritler
(ECN 42)

Zeytin yağının linoleik asitçe zengin tohum yağları ile tağşışının tespitinde önemli bir parametredir. Bir trigliserit molekülünün eşdeğer karbon sayısı :

$$ECN = CN - 2 n$$

CN : trigliserit molekülündeki yağ asitlerinin toplam karbon sayısı

n : yağ asitlerinde bulunan toplam çift bağ sayısı

ECN 42

Zeytin yağında ECN değeri 42 olan toplam 9 adet trigliserit vardır. Fazlaca bulunması nedeniyle en dikkat çekici olan **trilinolein**'dir.

Trilinoleinde : 3 adet linoleik asit (18 C x 3 =54 C)

Herbirinde 2 adet çift bağ n = 3 x 2 = 6 çifte bağ

Buna göre ECN değeri

$$\text{ECN} = 54 - 2 \times 6 = 42$$

STEROL KOMPOZİSYONU

Taęşıř saptamada en önemli ve en uzun analizdir. Çok küçük oranlarda bile bitkisel yaę ve prina yaę katılsa bu anlařılmaktadır.

Yaę, 1ml, 1000 ppm konsantrasyonda Cholestanol(5 α -cholestan-3 β -ol) standardı eklenerek sabunlařtırılır



Sabunlařmayan madde eter fazına alınır



Eter uęurulur, sabunlařmayan madde plakaya verilir



Develop tankında tařınarak steroller ayrılır



Sterol bandı kloroformda çözülr, sililendirilir



Gaz Kromotografiye enjeksiyon yapılır.

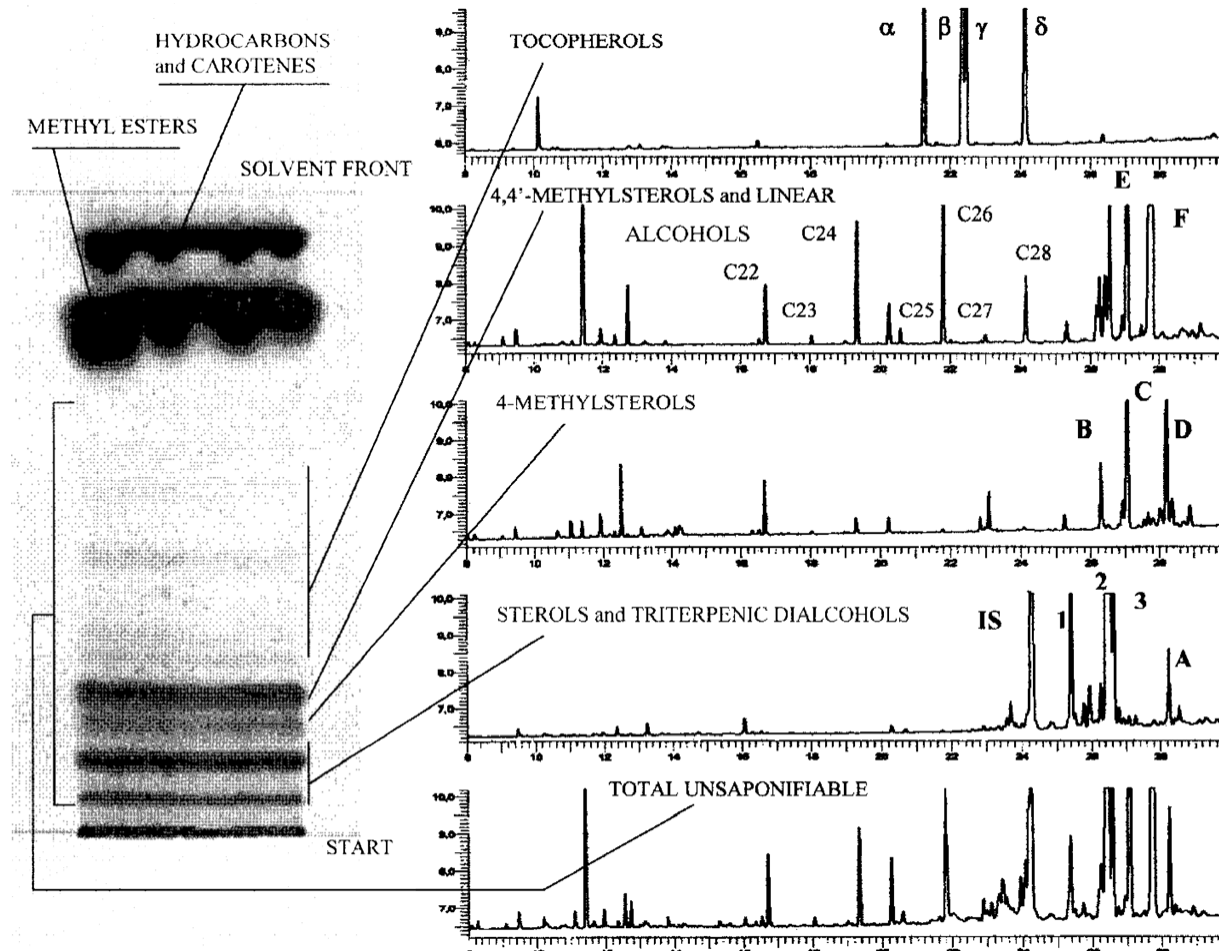
Taęşışı belirlemede en önemli kriterlerden biridir.

Zeytinyaęının sabunlaşmayan önemli bir kısmı sterollerdir. Bir çeşit alkol grubu olan steroller her bitkisel yağda farklı yapı gösterir (findık yaęı karıştırılması tayininde kullanılır).

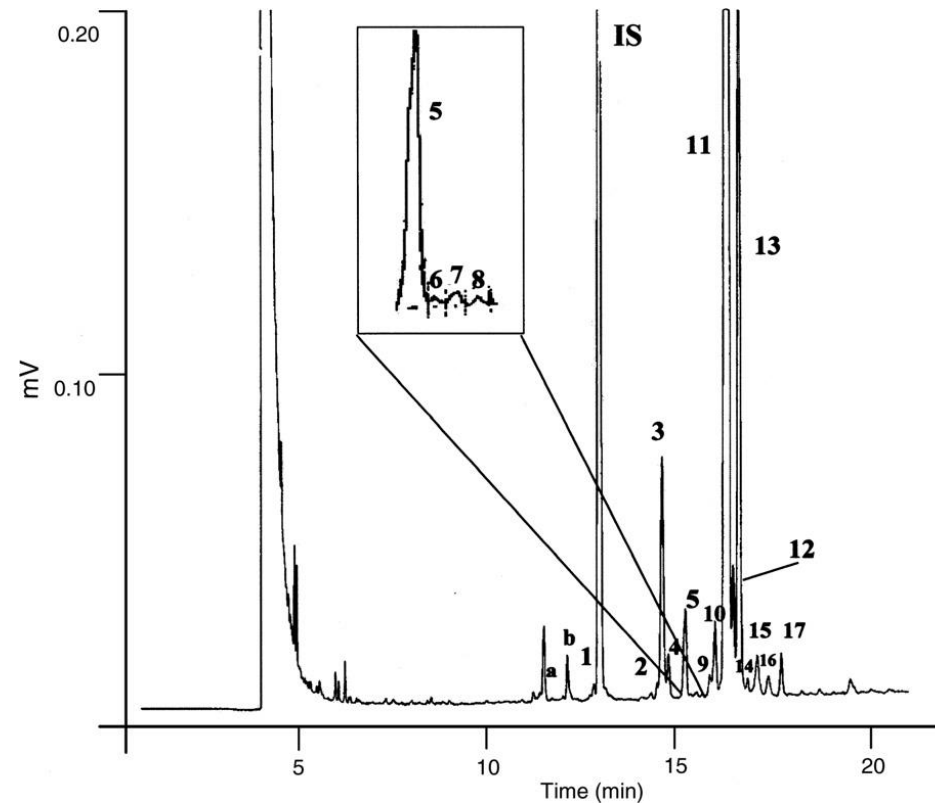
Bitkisel yağların sterol kompozisyonlarının tespit edilmesi botanik orjininin belirlenmesinde oldukça büyük önem taşır. (örn : β -sitosterol %75-90 zeytinyaęında baskın).

Gaz kromatografisi kullanılarak tespit edilebilir.

TLC PLAKADAKİ SABUNLAŞMAYAN MADDELER



F1, cholesterol; IS, 5a-cholestanol (internal standard); 2, 24-methylencholesterol; 3, campesterol; 4, campestanol; 5, stigmasterol; 6, 22-stigmastenol; 7, unknown peak at RRT 0.93 (with respect of b-sitosterol); 8, 7-campesterol; 9, 5,23-stigmastadienol; 10, clerosterol; 11, b-sitosterol; 12, sitostanol; 13, 5-avenasterol; 14, 7,9(11)-stigmastadienol; 15, 5,24-stigmastadienol; 16, 7-stigmastenol; 17, 7-avenasterol. (a, b) impurities of the internal standard



STİGMASTADIEN

Sızma zeytinyağına rafine yağ tağışını en iyi belirleyen bir analizdir. Sızma zeytinyağında <0,10 ppm dir. Rafine zeytinyağında 4-50 ppm arasındadır. Rafinasyon sırasında β -Sitosterol un dehidrasyonu sonucu stigmastadien hidrokarbonu oluşur.

1 ml cholesta 3-5 dien standardı, 20 g yağ, KOH ve etil alkol ile sabunlaştırılır.

Sabunlaşmayan madde hekzan solventiyle alınır. Hekzan uçurulur, sabunlaşmayan madde 15mm x 400 mm, 15 g silikajel bulunun kolondan damlatılır. Dakikada 1 ml damlayacak şekilde kolonun musluğu ayarlanır. Toplanan ilk 30 ml atılır, sonraki 50 ml alınır, uçurulur GC ye enjeksiyon yapılır.

Rafine prina yağında stigmastadien 100-150 ppm i bulmaktadır.

Stigmastadien Miktarı:

Stigmastadien rafinasyon sırasında önemli ölçüde ağartma toprağı ile işleme ve sonrasındaki ısıl işlemler sırasında oluşmaktadır.

Doğal zeytinyağında hiçbir zaman bulunmaması zeytinyağlarına rafine bitkisel yağların tağşişinin belirlenmesinde kullanılmaktadır.

Rafinasyon sırasında sterollerin özellikle β -sitosterol'ün dehidrasyonu sonucu oluşmaktadır.

Bu yöntemle zeytinyağına ilave edilen %1 ayçiçek yağı, %1 kolza yağı ve %1den az soya yağı tespit edilebilir.

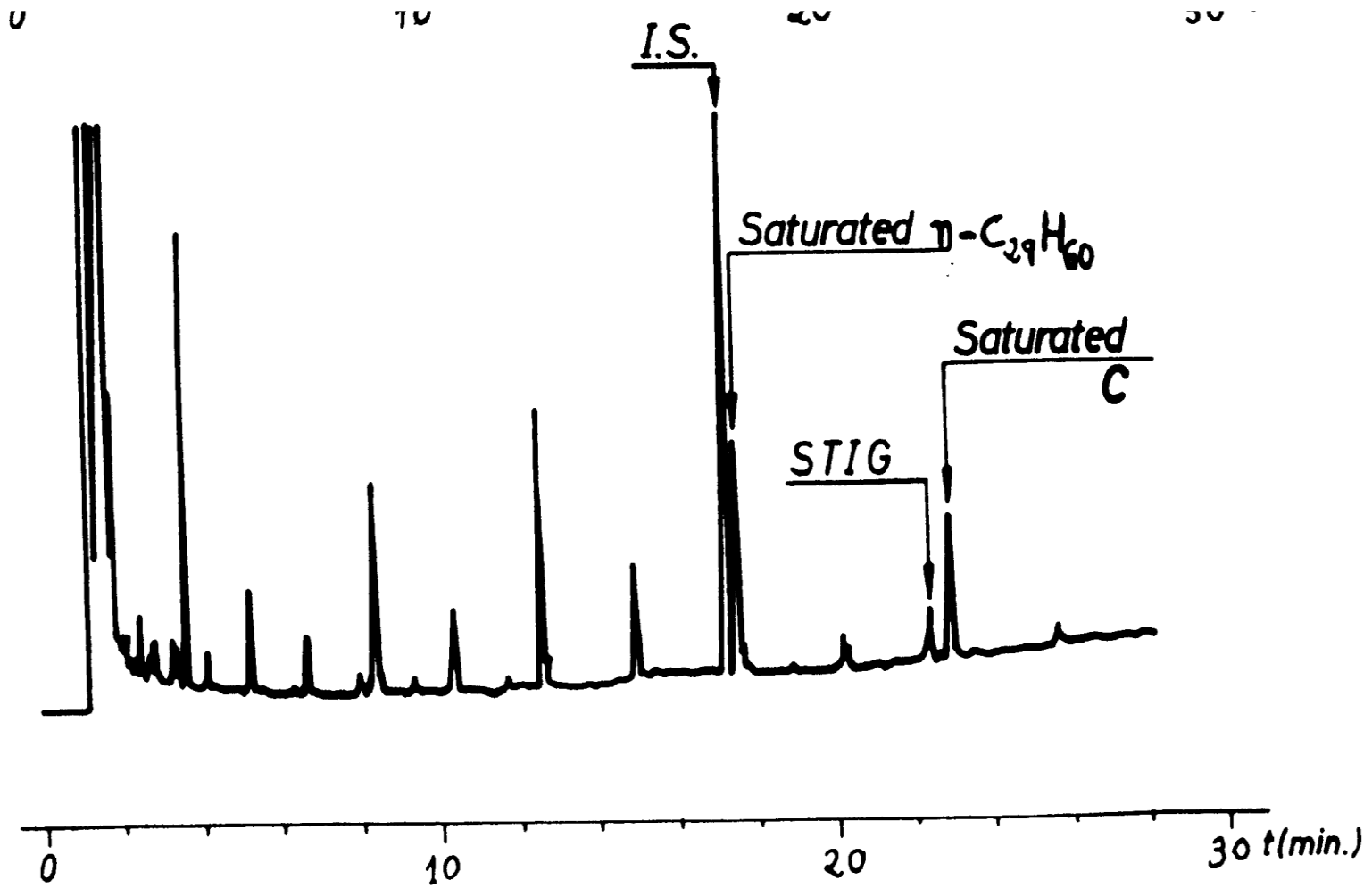


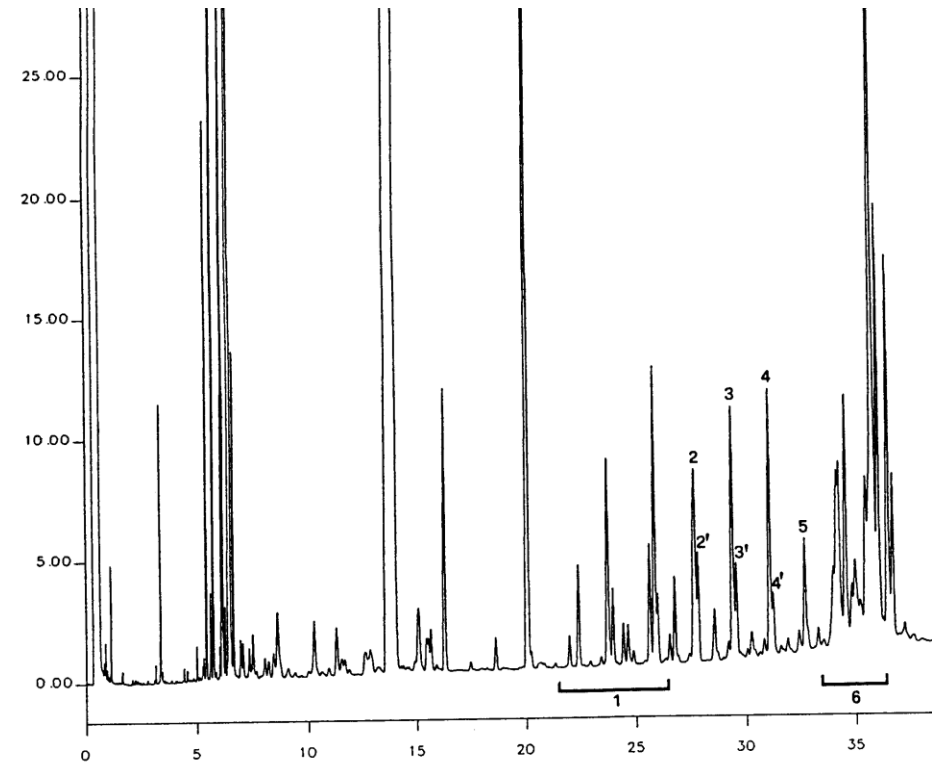
Figure 1

WAX

Zeytinyağına yapılan prina yağı tağşişini en iyi belirleyen analizdir.40,42,44,46 C lu yağ asit esterleridir.Prina yağında wax 2500-8000 ppm arasında iken, sızma zeytinyağında 50-200 ppm, riviera zeytinyağında 200-350 ppm arasındadır.

0,25-0,30 g numune, 1 ml lauril arachidat standart,sudan indikatörü, 15 g silikajel bulunan kolondan damlatılır, sudanın kırmızı rengi kolonun en alt kısmına geldiğinde musluk kapatılır. Toplanan kısım uçurulur, GC ye enjeksiyon yapılır.

I.S. = Lauryl arachidate
1 = Diterpenic esters
2+2' = C40 esters
3+3' = C42 esters
4+4' = C44 esters
5 = C46 esters
6 = Sterol esters and triterpene alcohols



Ađır Metaller

Uluslararası standartlarda yer alan ve zeytinyađının kalite kriterlerinden biri olan ađır metaller atomik absorpsiyon spektrofotometlerinde tayin edilir.

Grafit fırının kullanıldıđı bu cihazlarda zeytinyađının ierdiđi toplam demir ve bakır miktarları tespit edilir.

Ađır metaller katalistlerin ve/veya toprak ađartıcıların kontaminasyonunun göstergesidir.

Ayrıca, depolama ve işleme ekipmanlarından da kaynaklanan kontaminasyon sonucu zeytinyađında bulunabilir.

demir bakır bor aliminyum mangan silisyum

ZEYTİNYAĞINA AİT AĞIR METAL DEĞERLERİ (İOCC)

Zeytinyağı çeşidi	Demir(mg/kg)	Bakır(mg/kg)
Natürel Sızma Zeytinyağı	<3.0	<0.1
Natürel Birinci Zeytinyağı	<3.0	<0.1
Rafine Zeytinyağı	<3.0	<0.1
Riviera Zeytinyağı	<3.0	<0.1

Trigliseritlerin İkinci Pozisyonlu Palmitik ve Stearik Asit Toplamı:

Doymuş yağ asitlerinin (2. Pozisyonlu palmitik 16:0 ve stearik 18:0 asitin) 2. pozisyondaki toplam yağ asitlerine oranıdır.

Doğal zeytinyağının trigliserit molekülünde orta karbon her zaman oleik ya da linoleik asit gibi doymamış yağ asitlerini içermektedir.

Ancak esterifiye yağlar doymuş yağ asitlerini içerir. Böylece zeytin yağının esterifikasyona uğratılmış yağlarla karıştırıldığı tağşişi belirlenebilir.

Eritrodiol ve Uvaol Miktarı:

Bunlar zeytinyağında bulunan iki önemli terpenik alkoldür.

Çoğunlukla meyvenin dış kabuğunda bulunmaktadır.

Bu maddelerin tayini sonucu zeytinyağına pirina yağı tağşişinin belirlenmesinde kullanılmaktadır.

Alifatik Alkoller:

Dođal zeytinyađında az miktarda bulunmasına karřın zeytin kabuđunda oldukça fazla bulunması zeytinyađına pirina yađının tađřıřının belirlenmesinde kullanılmaktadır.

Trans Yağ Asitleri:

Normalde *–cis formunda bulunan yağ asitleri* rafinasyon sonucu *–trans formuna dönüşebilir.*

Trans yağlar kötü kolesterol olarak bilinen LDL kolestrolünün artmasına iyi kolesterol olarak bilinen HDL kolestrerolünün azalmasına neden olmakla birlikte kalp damarlarının iç çeperlerine olumsuz etki yapmakta ve diyabet riskini arttırmaktadır.

Gaz kromatografisi ile tespit edilebilirler.

α -Tokoferol Miktarı:

Zeytinyağlarına fındık yağı tağşışını

belirlemede kullanılabilcek yöntemlerden biri

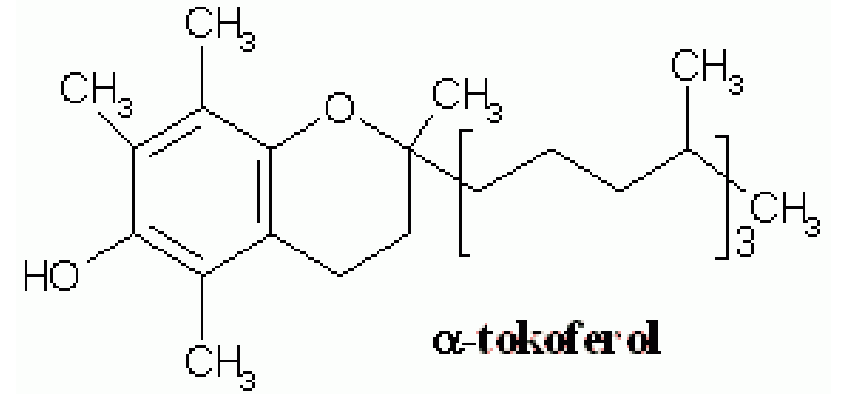
de zeytinyağının tokoferol içeriğini

belirlemektir.

Fındık yağının tokoferol içeriği zeytinyağına

göre oldukça fazladır.

HPLC kullanılarak tespit edilebilir.



ÇALIŞMA:

Sızma Zeytinyağına;

%0,5

%1

%3

%5

%10

Ayçiçek yağı, Prina yağı, Fındık yağı, Kanola yağı

Karıştırılarak yapılan çalışma:

Sterol Komp.	Zeytinyağ	LİMİT	%1 Ayç	3%	5%	%10 FIND	%5 KAN	10%KAN	%10 PRİNA
•Cholesterol	0,09	<0,5	0,19			0,16	0,24		0,16
•Brassicasterol	0	<0,1	0			0,03	1,97		0
•24-Metilen Kolesterol	0,1		0,1			0,09	0,23		0,09
•Campesterol	3,13	<4	3,19			3,3	8,28		3,13
•Campestanol	0,1		0,11			0,12	0,14		0,1
•Stigmasterol	0,61	<Camp.	0,71			1,05	0,59		0,73
•D7- Campesterol	0,07		0,17			0,08	0,1		0,1
•D5.23-Stigmastadienol*	0		0,08			0,14	0,04		0,1
•Clerosterol*	0,97		0,99			1,08	0,89		1,04
•b-Sitosterol*	83,12		82,72			83,1	77,29		84,08
•Sitostanol*	0,45		0,49			0,71	0,45		0,66
•D5-Avenasterol*	8,71		8,52			7,63	7,63		7,54
•D5.24- Stigmastadienol*	1,32		1,18			1,11	0,93		1,09
•D7-Stigmastanol	0,38	<0,5	0,62			0,54	0,4		0,38
•D7-Avenasterol	0,95		0,93			0,85	0,8		0,79
•Erythrodiol+Uvaol	0,8	<4,5	1,1			1,36	0,96		3,9
•Sum b-Sitosterol	94,57	>93	93,98			93,76	87,24		94,52
Toplam sterol ppm	1823	>1000	1935			1697	2193		1880
	0,02	ECN 42	0,12	0,47	0,91	0,2	0,15		0,01
	0,18	TRG	0,37			0,3	0,26		0,21
		YAK	%10 LİMİTDE			YAK LİMİTDE	YAK LİMİTDE		YAK LİMİT DIŞI
		AYÇ TRG	22,02		FIND	1,54	2,22		
					FI ECN42	1,23	0,84		0,22
							%10 LİMİTDİŞI		

KRİTİK VE YAPILMASI GEREKEN ANALİZLER

NATUREL SIZMA ZEYTİNYAĞI

Stigmastadien

Asit

Peroksit

Duyusal Analiz

Özgül Abzorbans

RAFİNE VE RİVIERA ZEYTİNYAĞI

Sterol

Wax

Asit

Peroksit

Özgül Abzorbans

MİNERAL YAĞ ARANMASI

Tanım: Bu deney zeytinyağlarına katılmış mineral yağı meydana çıkarmak için uygulanır. Duyarlık sınırı %1 civarındadır.

Gerekli malzemeler:

•L'lik beher (su banyosu olarak)

Deney tüpleri 25 mm çapında

Cam boru 15 cm uzunluğunda

Büret 50 ml'lik

Pipet 5 ml'lik

Termometre 100°C'lik

Gerekli kimyasallar:

Potasyum hidroksit (analitik saflıkta)

Etil alkol (%95'lik)

Gerekli çözelti:

0.5 N alkollü potasyum hidroksit çözeltisi: Bu çözelti hazırlandığı zaman kullanılmadan önce sabunlaşmayan maddeler miktarı bilinmeli ve hiç mineral yağ bulunmayan bir yağ ile kontrol edilmelidir.

Deneyin yapılışı:

Süzülmüş numune yağdan, iyice karıştırdıktan sonra 10 damla deney tüpüne alınır. 5 ml 0.5 N potasyum hidroksitin alkoldeki çözeltisi katılır ve birkaç kaynama taşı atılır. Cam boru deney tüpüne geçirildikten sonra su banyosunda (90°C da) ısıtılır ve tam 2 dakika kaynatılır. Tüp su banyosundan alınır ve büretten dikkatle su ilave edilir. Her 1 ml su ilavesinden sonra tüp iyice çalkalanır. Tüpün içindekiler bulanık bir hal alıncaya kadar su katılmasına ve çalkalamaya devam olunur. En az 5 ml su katıldıktan sonra bulanıklık meydana gelmezse mineral yağ bulunmadığı anlaşılır.

PAMUK YAĞI ARANMASI (HALPHEN TESTİ)

Tanım: Bu metodun amacı, zeytinyağında pamuk çiğidi yağının varlığını kalitatif olarak anlamaktır.

Gerekli malzemeler:

250 × 25 mm'lik deney tüpleri

Su banyosu (70-80°C ye ayarlı)

Gerekli kimyasallar:

Sülfür çözeltilisi, (%1'lik, 1 g kükürt 100 ml karbonsülfürde çözülür sonra aynı hacimde amil alkolle karıştırılır)

Deneyin yapılışı:

Yaklaşık olarak 10 ml numune deney tüplerine konur ve üzerine aynı miktarda kimyasal ilave edilir. Tüp iyice çalkalandıktan sonra 70-80°C'lik su banyosunda birkaç dakika müddetle ve sık sık çalkalayarak ısıtılır. Bu arada teşekkül eden karbondisülfid uçar, karbondisülfidin tamamen uçtuğu sıvı üzerindeki hafif dumanlaşmadan anlaşılır. Karbondisülfid buharları sıcak banyo veya sıcak buhar borusunda tutuşabildiğinden buna çok dikkat etmek gerekir. Karbondisülfid tamamen uçtuktan sonra tüp, 110-115°C lik banyoda bir iki saat tutulur. Bu müddet sonunda meydana gelen kırmızı renk, pamuk çiğidi yağının varlığını gösterir. Buna karşılık turuncu renk, pamuk çiğidi yağı için bir işaret değildir. Fazla miktarda çiğid yağı varsa sonuç bir saat içinde alınabilir. Hatta sonuç, kaynama sırasında dahi ortaya çıkabilir. Fakat az miktarda pamuk yağı varlığında 110-115°C de mutlaka iki saat beklemek gerekir.

SUSAM YAĞI ARANMASI

Tanım: Bu metot zeytinyağlarında susam yağı aramak için kullanılır.

Gerekli malzemeler:

250 × 25 mm'lik deney tüpü

Gerekli kimyasallar:

Hidroklorik asit

Renksiz furfurol

%95'lik etil alkol

Villavechia ayıracı: 2 ml furfurol 100 ml %95'lik etil alkolle karıştırılır.

Deneyin yapılışı:

10 ml zeytinyağı tüpe konur, üzerine eşit hacimde hidroklorik asit katılarak karıştırılır. Buna 0.1 ml Villavechia ayıracı katılır. 15 saniye kuvvetli çalkalandıktan sonra emülsiyon kayboluncaya kadar bırakılır.

Emülsiyon kaybolur olmaz alt tabakanın rengine bakılır, pembeden kırmızıya kadar hiçbir renk görülmezse deney negatiftir.

Alt tabakada böyle bir renk görülürse 10 ml damıtık su katılıp tekrar çalkalanır ve tabakalar ayrılır ayrılmaz renge bakılır. Eğer renk devam ediyorsa susam yağı vardır, renk kaybolursa susam yağı yoktur.

Notlar:

Renk meydana gelir gelmez karakteristik olmayan diğer renklerin meydana gelip esas rengi örtmesine meydan vermeden hemen bakılarak tesbit edilmelidir.

Rengin koyuluğu bir dereceye kadar susam yağının miktarı ile orantılı olabileceğinden içinde belli miktarlarda susam yağı olan yağ karışımları ile karşılaştırılarak bilinmeyen numunedeki susam yağı nisbeti kabaca tahmin olunabilir.

Çok az miktardaki susam yağları için Villavechia deneyinin duyarlılığı katılan ayıraç miktarını 1 ml'ye kadar çıkarmakla artırılabilir. Bununla beraber duyarlılığın bu şekilde artırılması karakteristik olmayan renklerin koyuluğunu da artırır. Bu sebeple fazla ayıraç kullanıldığında rengin tesbitinde daha dikkatli olmak gerekir.

Bir şahit deneyle kimyasalların renk verip vermediğine bakılarak saflığı tayin edilir.

Oksidatif Stabilite

Ransimat metodu ile deęerlendirilmiřtir. Stabilite Ransimat 679 cihazı ile ölçülerek indüksiyon zamanı (saat) olarak belirtilmiřtir.



Zeytin Yađı Kalite Kriterleri

- Serbest asitlik
- Nem ve uçucu madde
- Çözünmeyen safsızlıklar
- Peroksit değeri
- UV ışııkta özgül sođurma
- Sabunlaşmayan madde
- Toplam halojene solvent

TGK'ne göre zeytin yağları ve pirina yağları için belirlenen kalite ölçütleri

Zeytin yağı tipleri		Serbest asitlik (%oleik asit)	Nem ve uçucu madde (maks. %)	Çözünmeyen safsızlıklar (maks.%)	Peroksit değeri (meq O ₂ /kg)(maks)	UV ışıkta özgül soğurma		Sabunlaşmayan madde (mg/kg)	Toplam halojene solvent (mg/kg)
						270nm	ΔE		
Nat ure l	Sızma	≤ 0.8	0.2	0.10	20	≤ 0.25	≤ 0.01	15	< 0.2
	Birinci	≤ 2.0	0.2	0.10	20	≤ 0.25	≤ 0.01	15	< 0.2
	İkinci	≤ 3.3	0.2	0.10	20	≤ 0.25	≤ 0.01	15	< 0.2
	Ham	> 3.3	-	-	-	-	-	-	< 0.2
Rafine		≤ 0.3	0.1	0.05	5	≤ 1.10	≤ 0.16	15	< 0.2
Riviera		≤ 1.0	0.1	0.05	15	≤ 1.10	≤ 0.15	15	< 0.2
Piri na	Ham	-	-	-	-	-	-	-	< 0.2
	Rafine	≤ 0.3	0.1	0.05	5	≤ 2.0	≤ 0.2	-	< 0.2
	Karma	≤ 1.0	0.1	0.05	15	≤ 1.70	≤ 0.18	30	< 0.2

Bağıl yoğunluk, kırılma indisi, sabunlaşma sayısı ve iyot sayısı

Zeytin yağının saflığı hakkında kesin bilgi vermemektedir. Bir çok yemeklik yağ için belirlenmiş bu kriterler birbirinin sınırları içerisine girmektedir.

Zeytin yağının bağıl yoğunluk, kırılma indisi ve iyot sayısı değerleri, ayçiçeği, soya, kanola ve mısırözü yağlarının katılmasıyla artarken, sabunlaşma sayısı değerinde önemli bir değişiklik oluşmamaktadır.

Yağ asidi kompozisyonu

- Diğer tohum yağlarıyla yapılan tahşişlerin belirlenmesinde güvenilir sonuçlar verir.
- Zeytin yağı yüksek oleik asitli bir meyve yağıdır. Soya ve kanola gibi, yüksek linolenik asit içeren yağların karışımında belirlenmesinde kullanılır.
- Ancak yüksek oleik asitli meyve yağları ve genetik olarak modifiye edilmiş tohum yağlarının belirlenmesinde ise kullanışlı değildir.

Zeytin yağı doymuş yağ asitleri : palmitik ve stearik asit

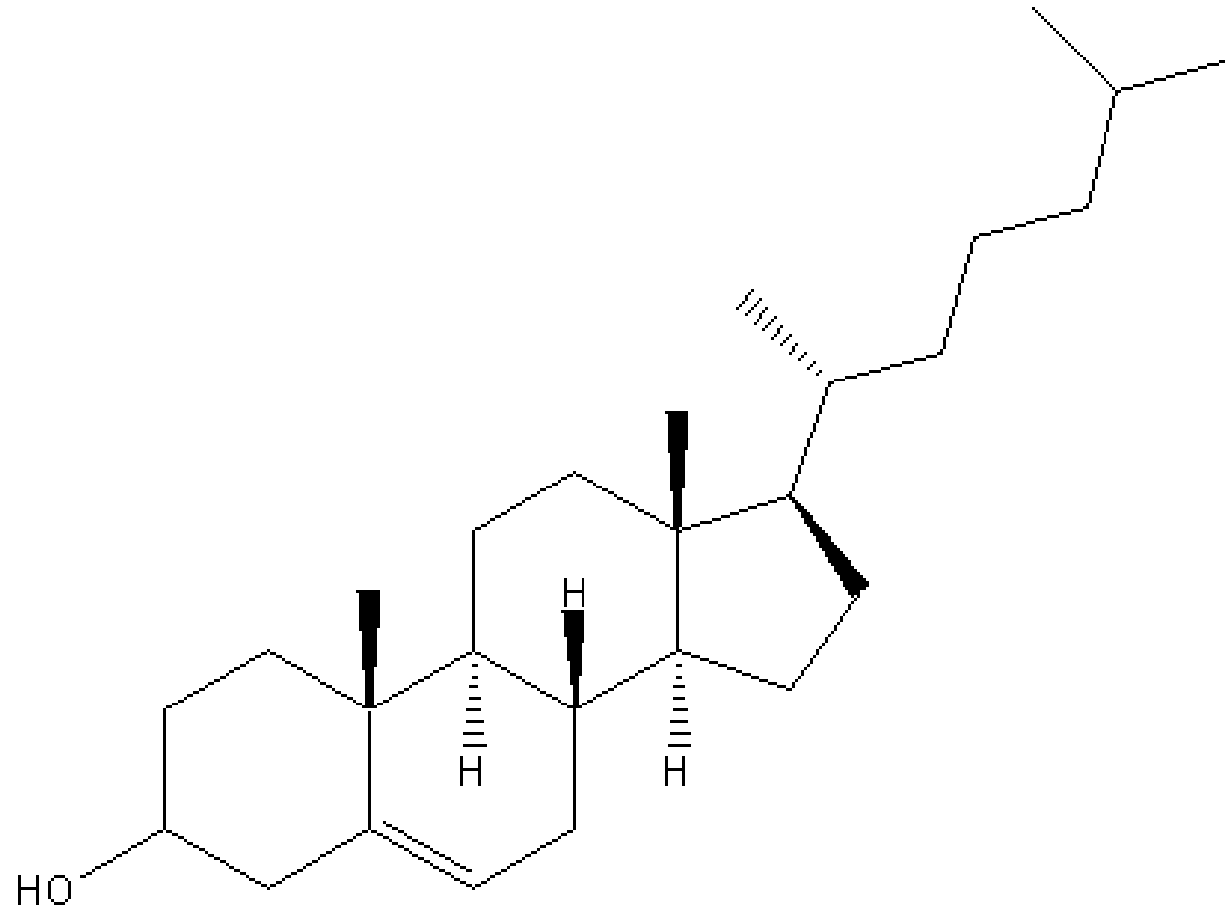
- Trigliseritlerdeki 2-yerleşimli toplam doymuş asitlerin (palmitik+stearik) asitler olarak oranı, zeytin yağının esterifiye edilip edilmediğinin veya bu tür yağlarla karıştırılıp karıştırılmadığının göstergesidir.
- 2 yerleşiminde daha fazla doymuş asit içeren pamuk ve palm türevi gibi yağların varlığı da bu analizle saptanmaktadır.

- Yüksek derecede hidrolize olmuş veya serbest asitliđi yükselmiş yağlarda, 2-yerleşimli yağ asidi bileşimlerinin deđiştii ifade edilmektedir.
- Rafine yağlarda, özellikle deodorizasyon işleminde uygulanan yüksek sıcaklık nedeniyle, trigliseritlerde 2-yerleşiminde doymuş yağ asidi oranı yükseklemektedir.

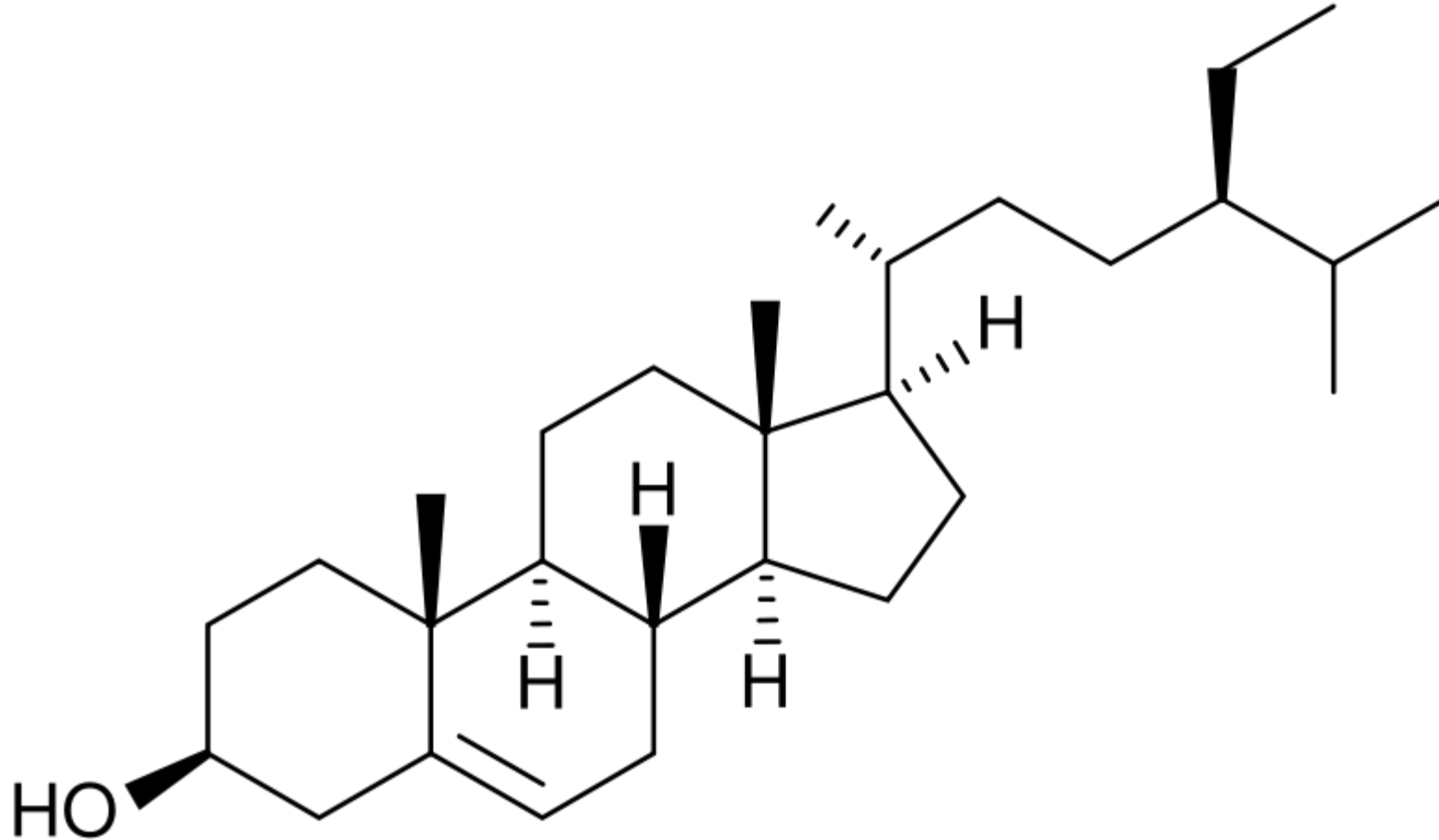
Sterol analizi

- Tohum yağlarının Δ -7 stigmasterol içerikleri zeytin yağına göre çok yüksektir. Zeytin yağının Δ -7 stigmasterol içeriği en fazla % 0,5 olarak kabul edilmektedir.
- Genel olarak bitkisel yağların her biri kendine özgü bir sterol bileşimine sahiptir.

Kolesterol



β -sitosterol



Tađşıřler sadece sterol analiziyle belirlenebilmektedir :

1. Zeytin yađında brassikasterol toplam sterollerin % 0,1 eřit veya daha azdır, kanola yađında ise % 12-13 civarındadır.
2. Soya yađında kampesterol deriřimi % 15-24 arasında iken, zeytin yađında bu deđer % 4'den kúçúktür.
3. Soya yađında stigmasterol deriřimi %15-19 arasında iken zeytin yađında kampesterolden daha dúřúktür.
4. Zeytin yađında Δ -5-avenasterol ieriđi tohum yađlarından oldukça yúksektir.

Sterol analizi

Zeytin yağına diğer meyve yağları ile yapılan tağışıřlerin belirlenmesinde sterol analizi ile birlikte Δ -7-stigmasterol deęeri de, her zaman yeterli bilgi verememektedir. Çünkü meyve yağlarınının yağ asidi bileřimi yanında, sterol bileřimleri de zeytin yağınıninkine çok benzemektedir. Bu nedenle zeytin yağına meyve yağı ile yapılan tağışıřlerin belirlenmesi önemli bir konudur.

Fındık yağı ile yapılan tađşıř

Serbest ve bađlı sterol oranlarından faydalanılarak, zeytin yađına % 10 veya daha byk oranda fındık yađı katılması durumunda bunun tespit edilebildiđi belirtilmiřtir.

Fındık yađında ester sterol oranı % 40'dan fazladır ve bu oran Avrupa zeytin yađlarında bulunan orandan (% 11-16) fazladır. Fakat kuzey Afrika (Fas, Tunus vb.) zeytin yađlarının ester sterol oranı % 44-64 arasında olduđundan ester sterol oranından fındık yađı tespiti yapılamamaktadır.

Ester Sterol nedir ?

Meyve yağlarında doğal olarak bulunan bir bileşiktir. Kan LDL kolesterolü düzeyini düşürdüğü bilinen heterojen kimyasal bileşiklerdir. Yağ asitlerinin esterleşmesi sonucu oluşurlar.

Sterol Analizi

İtalyan ve Türk zeytin yağlarında Δ -7-stigmasterol miktarı, İspanyol zeytin yağlarına göre daha yüksektir.

Fındık yağı, zeytin yağına kıyasla daha düşük oranda Δ -5-avenasterol ve daha yüksek oranda Δ -7-stigmasterol içermektedir.

Sterol Analizi

Zeytin yağında toplam sterol miktarı 1000 mg/kg olarak belirlenmiştir. Bu değer zeytin yağına katılan sterolü azaltılmış yağların tespiti için belirlenmiştir.

Zeytin yağı sterollerinin % 90'ı β -sitosterol ve Δ -5-avenasterolden oluşmaktadır.

Saf zeytin yağlarının kampesterol oranı, her zaman stigmasterol oranından daha yüksek olarak bulunmaktadır.

Rafinasyonda, özellikle nötralizasyon ve ağartma basamaklarında steroller uzaklaştırılmaktadır. Bu yüzden rafine ve riviera zeytin yağlarında 1000 ppm sınırın yakalamak bazen mümkün olmamaktadır.

Triterpen dialkoller (Eritrodiol ve Uvaol)

GC'de steroller ile birlikte analiz edilmektedir. Bu bileşiklerin toplam steroller içindeki oranından, zeytin yağının çözücü ile ekstrakte edilmiş yağlarla tağışışının belirlenmesinde faydalanılmaktadır.

Naturel zeytin yağlarında eritrodiol+uvaol toplamı, toplam sterol içeriğinin % 4,5'inden fazla olmamaktadır. Buna karşın pirina yağlarında bu değer % 4,5'den fazla olmaktadır.

Pirina yağlarında rafinasyon sonrasında bile bu değer % 4,5'in altına düşmemektedir. Çözücü ile ekstrakte edilmiş diğer bitkisel yağlar, rafine edilmiş olsalar dahi, zeytin yağına katılmaları halinde bu analizle tespit edilmeleri mümkündür.

Çizelge 6.3. Bazı sterollerin değişik bitkisel yağlardaki dağılımları, (%).

STEROLLER	Pamuk Yağı ^a	Kanola Yağı ^a	Soya Yağı ^a	Ayçiçeği Yağı ^a	Ayçiçeği yağı (Yüksek oleik asitli) ^a	Fındık Yağı (Ham) ^b	Fındık Yağı (Rafine) ^b	Natürel Zeytinyağı (Yasal limit)
Kolesterol	0.7-2.3	M 1.3	0.2-1.4	M 0.7	M 0.5	-	-	≤ 0.5
Brassikasterol	0.1-0.3	5.0-13.0	M 0.3	M 0.2	M 0.3	-	-	≤ 0.1
Kampesterol	6.4-14.5	24.7-38.6	15.8-24.2	6.5-13.0	5.0-13.0	5.45	5.56	≤ 4.0
Stigmasterol	2.1-6.8	0.2-1.0	14.9-19.1	6.0-13.0	4.5-13.0	1.09	1.11	< kampesterol
β-sitosterol	76.0-87.1	45.1-57.9	47.0-60.0	50.0-70.0	42.0-70.0	84.39	85.02	≥ 93.0*
Δ-5-avenasterol	1.8-7.3	2.5-6.6	1.5-3.7	M 6.9	1.5-6.9	3.67	2.98	< 0.5
Δ-7-stigmasterol	M 1.4	M 1.3	1.4-5.2	6.5-24.0	6.5-24.0	2.96	2.96	
Δ-7-avenasterol	0.8-3.3	M 0.8	1.0-4.6	3.0-7.5	M 9.0	1.25	1.30	Limit yok
Toplam (mg/kg)	2700-6400	4500-11300	1800-4500	2400-5000	1700-5200	1680.4	1414.8	m 1000

a. Codex Alimentarius, Named Vegetable Oils. Klerosterol + sitostanol + Δ-5-24-stigmastadienol

b. Karabulut vd. 2005.

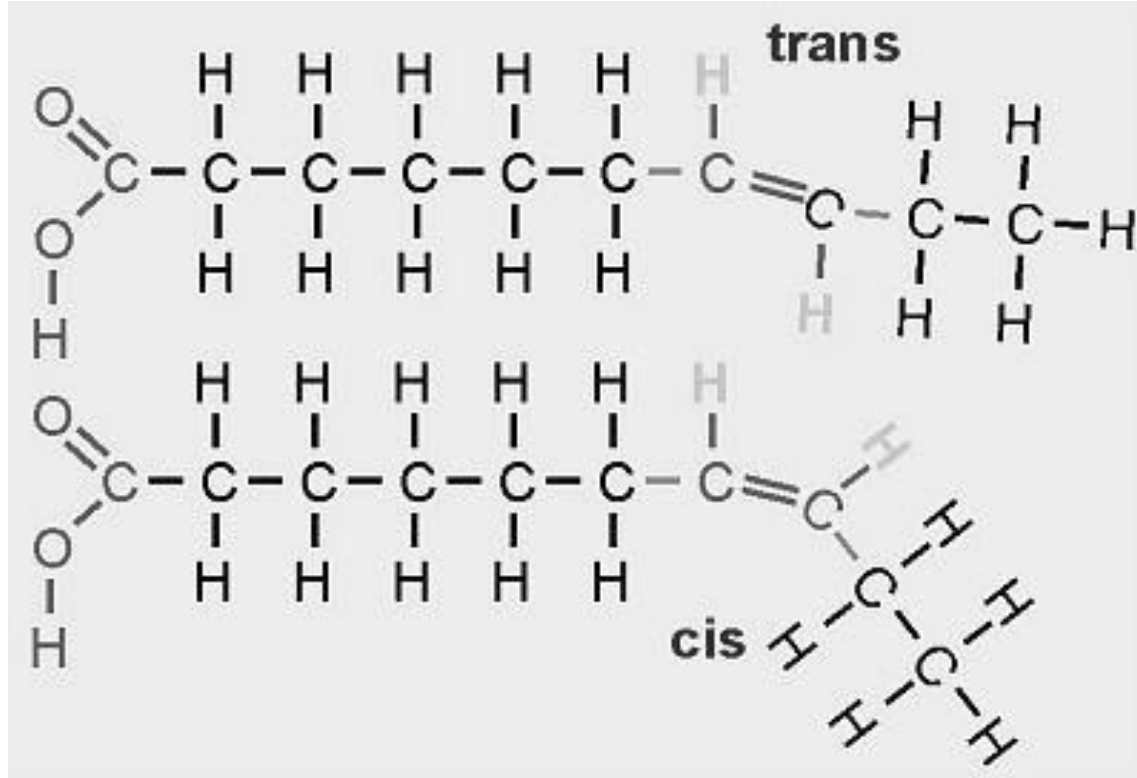
*. β-sitosterol+ Δ-5-avenasterol+ Δ-5-23-stigmastadienol +

M. Maksimum. m. Minimum

Trans yağ asitleri

Aynen doymuş yağ asitleri gibi, LDL düzeyini artırır ve HDL düzeyini düşürür, kalp hastalıkları riskini yükseltirler. Özellikle hidrojenize yağlarda bulunmaktadırlar

Trans yağ asitleri



Trans yağ asitleri

Doğal yağlarda miktarları çok düşük olan bu bileşenler, daha çok hidrojenasyon ve rafinasyon işlemleri sırasında oluşmaktadır.

Bu nedenle trans yağ asidi analizi, zeytin yağına rafine veya hidrojene yağların katıldığıнын bir göstergesidir.

TGK'ne göre rafine zeytin veya pirina yağlarında, izin verilen trans yağ asidi değerleri, naturel zeytin yağı için verilen değerden çok daha yüksektir.

Zeytin yaęında ECN deęeri 40 olan trigliserit bulunmamaktadır.

Zeytin yaęında ECN deęeri 44, 46, 48 ve 50 olan trigliseritlerin oranı yksektir.

ECN 42 ve ECN 52 olan trigliseritlerin oranları ise olduka dşktr.

Zeytin yaęlarında tohum yaęları varlıęının tespiti amacıyla, gerek ve teorik ECN 42 trigliserit ierikleri arasındaki fark hesaplanmaktadır. Bu amala ters faz sıvı kromatografisi (RP-HPLC) kullanılarak gerek ECN 42 deęeri belirlenmektedir.

RP-HPLC kullanılarak yapılan trigliserit analiziyle; mısır, ayçiçeđi, soya ve aspir gibi yüksek linoleik asitli yağlarla yapılan tađşıřler tespit edilebilmektedir.

Genetik olarak modifiye edilmiř ve yüksek oranda oleik, dűřük oranda linoleik asit ieren tohum yağlarının zeytin yağındaki varlıđının tespiti RP-HPLC ile trigliserit analizi yapılarak belirlenememektedir.

Fındık yağında, zeytin yağına benzer şekilde ECN 46, 48 ve 50 değerleri yüksek; ECN 42 ve 52 değerleri düşüktür. Ancak yapılan çalışmalarla, fındık ve zeytin yağının trigliserit dağılımları arasındaki farklılıklar çıkarılmıştır :

POP trigliserit değeri bütün zeytin yağı tiplerinde %2'den yüksek, fındık yağında ise %0,8'den düşüktür.

POO değeri bütün zeytin yağlarında % 20'den büyük, fındık yağında ise % 15'den küçüktür.

Avrupa zeytin yağlarında OLO değeri % 10'dan düşük, Afrika ve Asya zeytin yağlarında Türk fındık yağlarına ait değerlere (%13-18) yakın ve % 15-18 arasında bulunmaktadır.

Steradianler

Naturel zeytin yağına rafine yağlarla yapılan tağşişlerin belirlenmesinde kullanılan bir kriterdir.

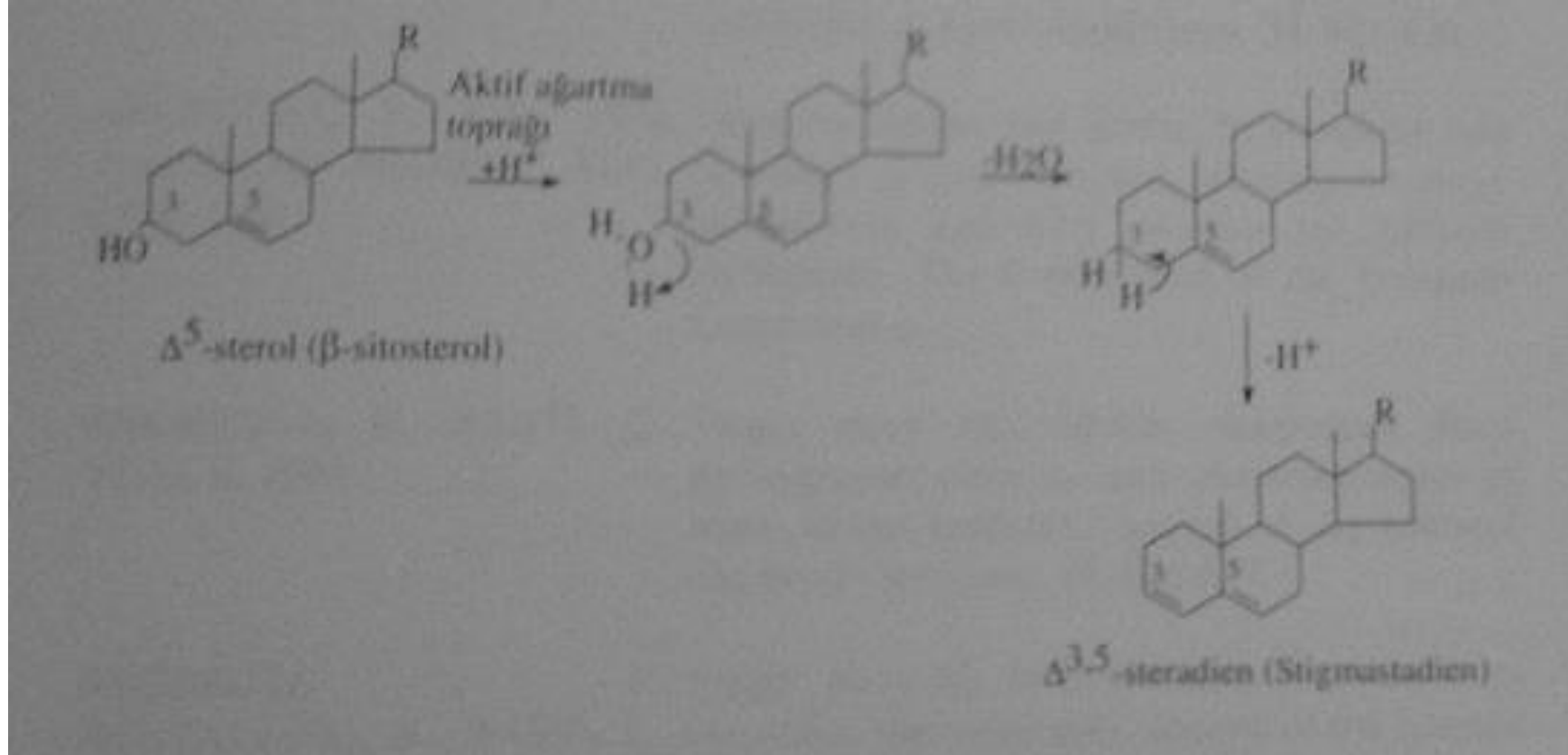
Steradienler, sterollerden rafinasyon esnasında oluşur.

Sterollerden, özellikle ağartma ve deodorizasyon esnasında 1 mol su ayrışır ve stradienler oluşur.

Zeytin yağındaki farklı steroller farklı stradienler oluşturmaktadır. Ancak zeytin yağının tipik sterolü β -sitosterol olduğu için, bu sterolden oluşan stigmastadien rafine yağ katkılarının tespitinde kullanılır.

Naturel zeytin yağlarında stigmastadien oranı çok düşüktür ve bu bileşik rafinasyonla oluşmaktadır. TGK'de limit değerler sadece naturel zeytin yağları için verilmiştir.

Ađartma iřlemi sırasında sterollerden steradien oluřumu



Mumlar

Mumlar, yağ asitleri ile yağ alkollerinin esterleridir.

Zeytin yağında 36 – 46 C içeren mumlar bulunmaktadır.

40 – 46 C atomundan oluşan mumlar dewaxing (mumsu maddelerin ayrılması) işleminden az etkilendiği için, bu mumların zeytin yağında pirina yağı varlığının tespitinde güvenli bir parametre olarak kullanılmaktadır.

Pirina yağı elde edilirken kullanılan çözenler, zeytin kabuğunda bulunan mumsu maddeleri de çözerler.

Ham (lampant) zeytin yağındaki

Mumsu maddeler çoğaldıkça erken donmalar olur. Bu yüzden mevzuatta sınır vardır.

Ham yağ ve pirina yağını ayırdederken ...

Yağ	Mumsu madde miktarı (mg/kg)	Toplam alifatik alkol (mg/kg)	Eritrodiol + Uvaol (%)
Ham (lampant)	300 - 350	≤ 350	$\leq 3,5$
Pirina yağı	300 - 350	>350	$> 3,5$

TGK'ne göre
zeytin yağı ve
pirina yağları
için belirlenen
saflık ölçütleri

TGK'ne göre zeytinyağları ve pirina yağları için belirlenen saflık ölçütleri.

ÖLÇÜT	Natürel Zeytinyağları				Rafine zeytinyağı	Riviera Zeytinyağı	Pirina Yağları		
	Sızma	Birinci	İkinci	Ham (Lampat)			Ham	Rafine	Karma
Bağıl Yoğunluk 20 °C/20 °C su	0.910 - 0.916								
Kırılma İndisi (nD 20 °C)	1.4677-1.4705						-	-	1.4680-1.4707
Sabunlaşma Sayısı (mgKOH/kg)	184 - 196						-	-	182 - 193
İyot Sayısı	78 - 88						-	-	75-92
Yağ Asitleri Kompozisyonu (%)									
-Miristik	≤ 0.05								
-Palmitik	7.5-20.0								
-Palmitoleik	0.3-3.5								
-Heptadekanoik	≤ 0.3								
-Heptadesenoik	≤ 0.3								
-Stearik	0.5-5.0								
-Oleik	55.0-83.0								
-Linoleik	3.5-21.0								
-Linolenik	≤ 0.9								
-Araşidik	≤ 0.6								
-Gadoleik	≤ 0.4								
-Behenik	≤ 0.2						≤ 0.3 ≤ 0.3		
-Lignoserik	≤ 0.2								
Trans Yağ Asitleri (Maks. %)									
-C18:1	0.05	0.10	0.20	-	0.40				
-C18:2 + C 18:2	0.05	0.10	0.30	-	0.35				
Gerçek ve Teorik ECN42 Arasındaki Maksimum Fark	0.2	0.3	0.3	0.6	0.5				
Stigmastadienler (ppm)	≤ 0.15	≤ 0.50	-	-	-				
Trigliseritlerin 2-pozisyonundaki Toplam Doymuş Asitler (Maks., %)	1.5	-	1.8	2.2					

TGK'ne göre zeytin yağı
ve pirina yağları için
belirlenen saflık ölçütleri
(devamı)

ÖLÇÜT	Natürel Zeytinyağları				Rafine zeytinyağı	Riviera Zeytinyağı	Pirina Yağları		
	Sızma	Birinci	İkinci	Ham (Lampat)			Ham	Rafine	Karma
Sterol Kompozisyonu (%) -Kolesterol -Brassikasterol -Kampesterol -Stigmasterol -Δ-7-stigmastenol -β-sitosterol+Δ-5-avenasterol + Δ-5,23-stigmastadienol + Klerosterol + sitostanol + Δ-5,24-stigmastadienol					≤ 0.5 ≤ 0.1 ≤ 4.0 < kampesterol < 0.5* ≥ 93			≤ 0.2	
Toplam Sterol İçeriği Minimum (mg/kg)	1000				1000*	2500	1800	1600	
Eritrodiol+Uvaol (Toplam sterolde,%)	≤ 4.5	≤ 4.5**	≤ 4.5	> 4.5***	> 4.5	> 4.5	> 4.5	> 4.5	
Mumsu Maddeler (C40-46, mg/kg)	≤ 250	≤ 300**	≤ 350	> 350	> 350***	> 350	> 350	> 350***	

KALİTE KONTROL LABORATUARI

TS-EN-ISO 45001 Belgeli olan laboratuarda, HPLC ve kromatografi olmak üzere pek çok laboratuvar ekipmanı bulunmaktadır. Laboratuvar uluslar arası hakemlik yapabilecek konumda olursa firma açısından olumlu sonuçlar doğurur.

Üretim süresince 17 ayrı birimden alınan örnekler üzerinde günde 350-400 analiz yapılmaktadır. Muayene ve deneyler, Türk Standartları Enstitüsü (TSE) ve American Oil Chemists Society (AOCS) Resmi metotlarında belirtilen şekilde yapılmalıdır ve Türk Gıda Kodeksine uygundur.

Kalite Standartları: 48 saat içinde herhangi bir bulanıklık olmamalıdır.

İşletmenin üretime başladığı günden beri, her seri üretimden örnekler alınıp, zaman içerisindeki değişimleri gözlenmektedir.

Kullanılan çözeltiler ayrıştırılıp tekrar kullanılmaktadır.

Laboratuarda rutin olarak yapılan analizler:

Serbest yağ asitleri, kül miktarı, sabunlaşma sayısı, iyot sayısı, peroksit değeri, sabunlaşan madde miktarı, sabunlaşmayan madde miktarı, yabancı madde miktarı, doymuş yağ, doymamış yağ miktarları, özgül ağırlık, kırılma indisi, özgül ağırlık vs.

T.C.
GIDA, TARIM VE HAYVANCILIK BAKANLIĞI
ÖZEL GIDA KONTROL VE ANALİZ LABORATUVARI
MUAYENE VE ANALİZ RAPORU

AB-0568-T
2017/62
19.12.2017

Kontrol

Rapor / Revizyon No : ██████████
Analiz Amacı : Kontrol
Numuneyi Gönderen : ██████████
Numunenin Cinsi : ZEYTİNYAĞI
Üretim - Son Kul. Tarihi : 05.12.2017 - 30.11.2019
Marka : ██████████
Tutanağın Tarihi - Sayısı : ██████████ 2017 -
Num. Seri-Parti No/ Kod No : -
Analiz Baş.-Bitiş Tarihi : 19.12.2017 - 19.12.2017
Numune Kabul Tarihi : 15.12.2017 -
Num. Kabul Sıcaklığı : 21°C
Numune Ambalajı : Orijinal Ambalaj

Muayene ve Analizler	Sonuçlar	Ö.L.	Analiz Metodu	Analiz Cihazı	G.K.	Ö.B.	Limit	Limit Kaynağı	D
1- [*] Yağ asitleri kompozisyonu tayini (%)		0.0500	TGK 2014/53	GC-FID					UD
1- [*] Palmitik Asit (C16:0) (%)	10,93	0.0500		GC-FID			7,50-20	TGK 2017/26	U
2- [*] Palmitoleik Asit (C16:1) (%)	0,76	0.0500		GC-FID			0,3 - 3,5	TGK 2017/26	U
3- [*] Heptadekanoik Asit (C17:0) (%)	Tespit Edilemedi	0.0500		GC-FID			<0,40	TGK 2017/26	U
4- [*] Cis-Heptadekanoik Asit (C17:1) (%)	0,14	0.0500		GC-FID			<0,6	TGK 2017/26	U
5- [*] Stearik Asit (C18:0) (%)	3,43	0.0500		GC-FID			0,50-5,0	TGK 2017/26	U
6- [*] Oleik Asit (C18:1n9c) (%)	56,30	0.0500		GC-FID			55-83	TGK 2017/26	U
7- [*] Linoleik Asit (C18:2n6c) (%)	8,62	0.0500		GC-FID			2,50-21	TGK 2017/26	U
8- [*] Linolenik Asit (C18:3n3) (%)	0,65	0.0500		GC-FID			<1	TGK 2017/26	U
9- [*] Araşidik Asit (C20:0) (%)	Tespit Edilemedi	0.0500		GC-FID			<0,60	TGK 2017/26	U
10- [*] Cis-11-Eikosenoik Asit (C20:1) (%)	0,09	0.0500		GC-FID			<0,50	TGK 2017/26	U
11- [*] Behenik Asit (C22:0) (%)	Tespit Edilemedi	0.0500		GC-FID			<0,20	TGK 2017/26	U
12- [*] Lignoserik Asit (C24:0) (%)	0,93	0.0500		GC-FID			<0,20	TGK 2017/26	UD
13- [*] Miristik Asit (C14:0) (%)	Tespit Edilemedi	0.0500		GC-FID			<0,03	TGK 2017/26	U
2-Sterol Kompozisyonu									
3-Kolesterol									
4-Trans Yağ Asitleri									
5-Sabunlaşmayan Madde Tayini			TS 4963,1986	Titrimetrik					
6- [*] Serbest Yağ Asidi ve Asit Değeri Tayini ¹ (%)	2,49		TS EN ISO 660,2010	Titrimetrik				TGK 2017/26	U

- Yapılan muayene ve analiz sonucunda yukarıda belirtilen değerler tespit edilmiştir.
- Bu analiz raporunun hiçbir bölümü tek başına veya ayrı ayrı kullanılamaz.
- Analiz sonuçları yukarıda belirtilen numune için geçerlidir.
- Bu rapor, laboratuvarın yazılı izni olmadan kısmen kopyalanıp çoğaltılamaz.
- İmzasız ve mühürlü raporlar geçersizdir.
- Kısaltmalar; D: Değerlendirme. U: Uygun. U.D.: Uygun Değil. D.Y.: Değerlendirme Yapılamadı. G.K.: Geri Kazanım. Ö.B: Ölçüm Belirsizliği. Ö.L: Ölçüm Limiti.
- * İşaretili analizler akreditasyon kapsamındadır.
- TGK 2017/26 DE HAM ZEYTİNYAĞINA GÖRE UYGUNDUR¹
- Pestisit: 9. Ölçüm düzeyinde tespit edilemeyen Yağ asitleri kompozisyonu tayini alt parametreleri / Adı (Ölçüm Limiti) Akredite Durumu* 1-^{*}Bütirik Asit (C4:0)(0.0500), 2-^{*}Pentadekanoik Asit (C15:0)(0.0500), 3-^{*}Cis-Pentadekanoik Asit (C15:1)(0.0500), 4-^{*}Trans-Oktadekanoik Asit (C18:1n9t)(0.0500), 5-^{*}Kaproik Asit (C6:0)(0.0500), 6-^{*}Linolealidik Asit (C18:2n6t)(0.0500), 7-^{*}Gama-Linolenik Asit (C18:3n6)(0.0500), 8-^{*}Cis-11,14-Eikosadienik Asit (C20:2)(0.0500), 9-^{*}Cis-8-11-14 Eikosatrienik Asit (C20:3n6)(0.0500), 10-^{*}Cis-11-14-17 Eikosatrienik Asit (C20:3n3)(0.0500), 11-^{*}Araşidonik Asit (C20:4n6)(0.0500), 12-^{*}Cis-Eikosapentanoik Asit (C20:5n3)(0.0500), 13-^{*}Kaprilik Asit (C8:0)(0.0500), 14-^{*}Henekosanoik Asit (C21:0)(0.0500), 15-^{*}Erusik Asit (C22:1n9)(0.0500), 16-^{*}Cis-Dokosadienik Asit (C22:2n6)(0.0500), 17-^{*}Cis-Dokosahexanoik Asit (C22:6n9)(0.0500), 18-^{*}Trikosanoik Asit (C23:0)(0.0500), 19-^{*}Nervonik Asit (C24:1n9)(0.0500), 20-^{*}Kaprik Asit (C10:0)(0.0500), 21-^{*}Undekanoik Asit (C11:0)(0.0500), 22-^{*}Laurik Asit (C12:0)(0.0500), 23-^{*}Tridekanoik Asit (C13:0)(0.0500), 24-^{*}Minsteloik Asit (C14:1)(0.0500)

Kimya Müh.
Kimyasal An.
Birimi Sorumlusu

Gıda Teknikeri
Num.Kabul ve Rapor
Düzenleme Birimi Sor.



23.09.2023

205

Gaz Kromatografisi (GC) tekniđi ile bitkisel sıvı yađ örneđinde mineral yađların aranması ve miktarının tayini uygulama örneđine yer verilmektedir. Mineral yađ, petrolün distilasyonu sonucu elde edilen; C10'dan C56'e kadar farklı zincir uzunluđuna sahip doymuş alifatik ve akrilik hidrokarbonlardan oluşmaktadır. Doymuş ve doymamış alifatik hidrokarbonlar C24 zincir uzunluđuna kadar doğal bitkisel yağlarda bulunmaktadır. Mineral yađ, rafinerizasyon süresinde ürüne dahil olmaktadır.

Hesaplama:

Değerlendirme C10-C40 hidrokarbonları arasında yer alan bileşenlerin toplam alanları üzerinden yapılmaktadır. Elde edilen sonuç mg/L cinsinden verilmekte ve hidrokarbon yağ indeksi olarak ifade edilmektedir.

C10 ve C40 standartları referans standart olarak kullanılmaktadır.

Proforma Fatura

BURHANİYE İLÇE TARIM MÜDÜRLÜĞÜ

Tarih : 06.03.2015
Prof.No : 3515-DK-0112B
Proje No :
İlgili :

BURHANİYE / BALIKESİR

S.No.	Miktar	Tanımı	Birim Fiyat	Toplam Fiyat
1	1 Ad	SHIMADZU, Monitor Double Beam UV-VIS Spektrofotometre Model: UV-1280 * 190-1100 nm Çalışma Aralığı * Dalgaboyu Doğruluğu ±1 nm * Dalgaboyu Tekrarlanabilirliği ±0.3 nm * Monitor Double Beam * Silikon Fotodiyot Dedektör * Halojen (W1) ve Döteryum (D2) Işın Kaynağı * -0.3/+3.0 Abs Fotometrik Çalışma Aralığı * Kaçak Işın Değeri %0.05 * USB Port Sistem İçeriği : 1 Ad. UV-VIS Spektrofotometre 2 Ad. 10 mm Işık Yollu Makro Kuvarts Küvet		8.000 USD
			Toplam:	8.000 USD
			İndirim:	1.500 USD
Y. Altıbinbeşyüz Amerikan Doları'dır.			Genel Toplam	6.500 USD

Notlar :

1. Fiyatlarımıza %18 KDV dahil değildir.
2. Fiyatların TL karşılığı fatura tarihindeki TCMB döviz satış kuru üzerinden hesaplanacaktır.
3. Geçerlilik : 30 Gün
4. Teslimat : Stok durumuna göre derhal ya da 4-6 hafta.
5. Ödeme : Teslimde peşin.
6. Garanti : 1 Yıl



T.C.
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
Tarımsal Araştırmalar ve Politikalar Genel Müdürlüğü
Zeytincilik Araştırma Enstitüsü Müdürlüğü

AB-0915-T

22/Z0009

01-22

ANALİZ SONUÇLARI

Analysis results

ANALİZ ADI <i>Name of analysis</i>	ANALİZ SONUCU <i>Analysis result</i>	ANALİZ METODU <i>Analysis method</i>
*Serbest Yağ Asitliği Tayini(% Oleik Asit) <i>*Free Fatty Acidity(% Oleic Acid)</i>	0,32	TGK 2014/53 TS EN ISO 660
*Peroxit Sayısı Tayini(meqO ₂ /kg yağ) <i>*Peroxide Value(meq active oxygen/kg oil)</i>	12,14	TGK 2014/53
Zeytinyağında Toplam Fenol Tayini(mg CAE/kg yağ) <i>Total Phenol (mg CAE/kg oil)</i>	228,23	Gutfinger(1981), Hrncrik ve Fritsche (2004)

Açıklamalar
Explanations

Değerlendirme:
Assessment

***Akredite Metot**

Bu rapor laboratuvarın yazılı izni olmadan kısmen kopyalanıp çoğaltılamaz. İmzasız ve mühürlü raporlar geçerli değildir. Bu analiz raporu laboratuvara gelen numuneyi temsil eder. Ölçüm belirsizlikleri (olması halinde) k=2 ve %95 güven aralığıdır. Yerinden Numune alma işlemi, kurumumuz faaliyet alanında yer almamaktadır. Özel istek analiz sonuçları adı ve diğer işlemler ve reklam amacıyla kullanılamaz.

***Accredited Method**

This report shall not be reproduced other than in full except with the permission of the laboratory. Testing reports without signature and seal are not valid. This analysis report represents the sample brought to the laboratory. The measurement uncertainties (if any) are k = 2 and 95% confidence interval. It can't be made on site sampling. Special request analysis results can not be used for judicial and administrative procedures.

Brassikasterol kanolada yağ tespiti

Eritrodivol 2. Ekstraksiyon pirina

Linelenik asit C 18:3 omega 3

Linoleik asit C18:2 anne sütü ile zeytinyağı eşdeğerdir.

Hayvansal yağlarda bulunmayan ancak anne sütünde vardır.

Ecn42 farkı tađşıŒte tek başına yetmektedir.

Sterol analizi 5 saatte yapılır. Hassas ve zordur.

SOFRALIK ZEYTİN ANALİZLERİ

AMBALAJ SALAMURASINA KATILACAK ASİT VE TUZ MİKTARININ SAPTANMASI

$$X = [a/(a+b)] x + [b/(a+b)] y$$

a: Ambalaj kabındaki zeytinin özsu miktarı (%60-70 olarak)

b: Ambalaj kabındaki yeni tuzlu su miktarı(ml)

x: Eski salamuranın asit veya tuz yüzdesi

y: Hazırlanan yeni salamuranın asit veya tuz yüzdesi

X: son tuzlu suda istenen asit veya tuz yüzdesi

GEREKLİ LAKTİK ASİTİN HESAPLANMASI

Gerekli malzemeler:

%50 laktik asit

pH metre

50 ml salamura bir erlene alınır. pH'sına bakılır. İstenen pH'a getirmek için bürete konulan %50'lik laktik asit ilave edilir.

$$[(V \times v)] \times 0.625 = X$$

X: Katılacak % 80'lik laktik asit miktarı (ml)

V: Fermentasyon kabı içindeki salamura miktarı (ml)

v: Harcanan % 50'lik laktik asit (ml)

KOSTİK TAYİNİ

Hazırlanmış kostiğin yüzdesini bulmak için yapılır.

Gerekli çözeltiler:

1.N HCl

%1'lik fenolfitalein (alkoldeki çözeltisi)

Destile su

10 ml 0.2 N HCl 250 ml'lik behere konur. Üzerine 50 ml destile su ile 3-4 damla fenolfitalein iave edilir.

Bürette bulunan hazırlanmış kostikli su ile titrasyon yapılır. Pembe renk oluşunca titrasyona son verilir.

% kostik= 8/S

S= sarfiyat

Ya da kostik tayini şu şekilde yapılabilir;

5 ml kostik 250 ml'lik erlen konur. Üzerine 50 ml destile su indikatör olarak 3-4 damla fenolfitalein konur.

Bürete konulan 0.2 N HCl ile titrasyon yapılır. Sarfiyat aşağıdaki formülde yerine konarak % kostik bulunur.

% kostik= $(S \times f \times N \times M \times 100) / A \times 1000$

S= sarfiyat (ml)

f= 0.2 N HCl faktörü

N= HCl'nin normalitesi

M= NaOH'ın molekül ağırlığı

A=alınan numune

TUZ TAYİNİ

Gerekli çözeltiler:

1.N AgNO₃

% 5 K₂CrO₄

Destile su

1 ml salamura alınır. 50 ml destile su veya 0.5 ml K₂CrO₄ çözeltisi ilave edilir. 0.1 N AgNO₃ ile renk kiremit rengini alıncaya kadar titrasyon yapılır.

$$\% \text{ tuz} = (S \times f \times N \times M \times 100) / A \times 1000$$

S= titrasyonda harcanan 0.1 N AgNO₃ miktarı

f= 0.1 N AgNO₃ faktörü

N= AgNO₃ normalitesi (0.1 N)

M= NaCl'nin molekül ağırlığı

A= örnek miktarı (ml)

ASİT TAYİNİ

Gerekli çözeltiler:

1.N NaOH

%1'lik fenolfitalein (alkoldeki çözeltisi)

destile su

10 ml salamura alınır. 40 ml destile su ve 3-4 damla fenolfitalein ilave edilir. 0.1 N NaOH ile pembe oluncaya kadar titre edilir.

% asit (laktik asit cinsinden) = $(S \times f \times N \times M \times 100) / A \times 1000$

S= titrasyonda harcanan 0.1 N NaOH (ml)

f= 0.1N NaOH faktörü

N= NaOH'ın normalitesi

M=Laktik asidin molekül ağırlığı

A=Örnek miktarı(ml)

Prof. Dr. Aytaç Gümüşkesen- Bitkisel yağ teknolojisi kitabı

<http://www.mgokcebag.com>

Sorularınız varsa cevaplayayım.

Daha sonra aklınıza soru gelirse lütfen yüz yüze, e posta veya telefon yoluyla ulaşınız.





Bu ders notları zeytincilik programı öğrencileri, Kursiyerler, sektör temsilcileri, diğer üniversitelerde okuyan önlisans, lisans, yüksek lisans ve doktora öğrencileri ile araştırmacılara yönelik hazırlanmıştır. Daha detay bilgiye ulaşmak isterseniz lütfen iletişime geçiniz.

DERS NOTLARI SÜREKLİ YENİLENMEKTEDİR.
LÜTFEN DAHA ÖNCE İNDİRDİĞİNİZ DERS NOTU VARSA
YENİ TARİHLİ OLAN DERS NOTUNU TERCİH EDİNİZ.
NOTLARDA HATALI ve
EKSİK BİR YER GÖRDÜĞÜNÜZDE LÜTFEN BİLDİRİNİZ.

Dr. Mücahit KIVRAK

0 505 772 44 46

kivrak@gmail.com

www.zeytin.org.tr

www.mucahitkivrak.com.tr

Sosyal medya iletişim

<https://www.facebook.com/mucahit.kivrak>

<https://twitter.com/zeytinist>

<https://instagram.com/zeytinist/>

<https://www.youtube.com/channel/UCNDXadH7jpB0FVRLbEvtqHA>