

B) BESİN TOKSİKOLOJİSİ ANALİZLERİNDE GENEL KURALLAR

1. Besin Toksikolojisi Analizlerinde Örnek Alma Kuralları:

Besin toksikolojisi analizlerinde örnek alma, çok önemlidir: Yalnızca, iyi alınan bir örnekte yapılan analiz sonuçları, besin maddesinin özelliklerini temsil edebilir. Besin maddesinden alınan örnek miktarı, 3 kere analiz yapma olanağını vermelidir. Analiz sonucuna itiraz edilebileceği göz önüne alınarak, gönderilen örneğin yarısı (bir analize yeter miktarı) ayrılarak saklanır. Orijinal ambalajlı besin maddelerinden (süt, meşrubat, alkollü içkiler, yağ, peynir gibi) örnekler, bozulmamış ambalajdan yeteri kadar; gereğinde aynı marka ve aynı imalatçıdan birkaç orijinal ambalajlı olarak alınır. Açık satılan besin maddelerinden ise çeşitli örnekler alınarak, karışım bir örnek hazırlanır.

2. Ambalajlama:

Sıvı besin örnekleri, iyi temizlenmiş, kullanılmamış tıplarla kapatılmış şişelere doldurulur. Katı yağlar (tereyağ gibi), bal, sosis gibi besinler, kavanozlara konarak, ağzıları sıkıca kapatılır; gerektiğinde parşömen kağıdı ile sarılarak bağlanır.

Alınan örneklerin ambalajları sarılıp sicimle bağlandıktan sonra, örneği alan ilgili yetkili kişi tarafından mühürlenmelidir. Ambalaj etiketlenerek satıcının ismi ve adresi, numunenin cinsi, miktarı, fiyatı, örneğin alındığı tarih, yeri ve örneği alan kişinin ismi, numuneyi alan makam hakkında bilgi verilmelidir.

3. Örneğin Gönderilmesi ve Analize Hazırlanması

Numune ambalajı kırılmayacak, bozulmayacak şekilde, kağıt, talaş veya saman içeren bir kutuya yerleştirilerek, en kısa zamanda analizi yapılacak laboratuvara yollanır. Laboratuvarda, besin maddesinin ambalajı dikkatle açılarak mühür, etiket ve ambalajla ilgili bilgiler kaydedilir.

Analiz için besin maddesi örneğinin parçalanması, kıyılması veya masere edilmesi gerekir. Ayrıca analizden önce örnek iyice karıştırılır. Sıvı veya pulverize maddeler, bir kaptan diğerine aktararak veya çalkalanarak kolayca karıştırılır. Donmuş besinler ise, kesilerek veya ezilerek çeşitli yerlerinden alınarak karıştırılır.

Her analiz, öncelikle duyu organlarına dayanan (organoleptik) inceleme ile başlar (numunenin ambalaj şekli, tanımı, numunenin net ve brüt ağırlıkları, besin maddesinin görünüş ve özellikleri, kokusu, tadı, turnusol ve diğer indikatör kağıtları ile pH'ı saptanır); sonra kimyasal analize geçilir.

Tablo 3 -Besin maddelerinin analizi için alınması gereken en az örnek miktarı

Besin Maddesi	Numune Miktarı	Numune Alma Şekli
Bira	2 orijinal şişede (250 ml'lik)	Kağıtla iyice ambalaj
Sirke	1 litre	
Yağlar (katı) (tereyağı, margarin vs)	125 g	Geniş ağızlı kavanozlarda ve ağzı sıkı kapalı (analize derhal gönderilmeli)
Balık ve balık konserveleri	3 veya daha fazla balık	Açılmamış konserve şeklinde derhal analize gönderilmeli
Etler ve konserveleri	125 g orijinal ambalaj	Kağıda iyice sarılmalı, etler yalnızca cam kap içinde gönderilmeli
Alkolsüz içecekler (maden suyu, meyve suyu v.s.)	1 orijinal şişesi içinde (250-500 ml)	Temiz, kuru şişeler içerisinde
Bal, suni bal	En az 125 g orijinal ambalajlı	Geniş ağızlı cam kaplar (kavanozlar) içinde ve ağzıları kapalı
Peynir	250 g veya 1 parça	Parşömen kağıdında veya orijinal ambalajlı
Süt	1 ¼ litre veya açılmamış ambalaj içinde orta büyüklükte	Temiz kuru şişelere konur, derhal gönderilmelidir.
Hububat	125 g	Kese kağıdı içinde
Su	1 litre	Ağız kapalı kuru ve temiz şişeler içinde
Sucuk, salam, sosis	125 g veya orijinal ambalajlı (en az 4 tane içeren)	Geniş ağızlı cam kaplarda veya orijinal paketler
Şeker ve şekerli maddeler	125-250 g	Kavanoz veya uygun bir ambalaj içerisinde
Şarap ve benzeri şaraplı içkiler	1 litre	Temiz ve kuru şişeler

DENEY NO: 8

YAĞLARDAKİ BOZUNMA ÜRÜNLERİNİN VE YASAL OLMAYAN KATKI MADDELERİNİN ANALİZİ

Gıda maddeleri Tüzüğüne göre yemeklik yağlar bitkisel ve hayvansal olarak sınıflandırılırlar. Yağlarda serbest yağ asitleri indeksi, refraksiyon indeksi, sabunlaşma indeksi, iyot indeksi bulunur. Yabancı yağlar; mineral yağlar, boyalar aranır, acılık tayini yapılır, rutubet, yağ ve tuz miktarı saptanır.

1) Yağlarda Kırılma İndeksi Tayini:

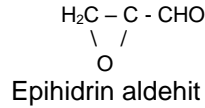
Belirli sıcaklık ve basınç koşullarında saf bir maddenin kırılma indeksi sabittir, bu açıdan yağların saflığını belirleme amacıyla yararlanılan bir yöntemdir. Yağlar her ne kadar tam anlamıyla saf değillersede kırılma indeksleri dar bir sınır içinde değişir.

Kırılma indeksini belirlemeye yarayan aletlere **refraktometre** denir. Sıvı yağların kırılma indeksleri 25°C de diğerlerinin ki ise 40°C'de ölçülür, sıcaklığı ayarlama amacıyla refraktometreye bir termostat bağlanır.

Abbe ve Zeiss refraktometrelerinde 1.325 ve 1.492 arasındaki değerlerde kırılma indeksleri ölçülür. Yağların kırılma indekslerinin, bütirorefraktometresi denilen daha basit bir aletle ölçülmesi amacıyla 1.422 ile 1.489 arasındaki değerler 0-100 arasında değerlendirilir ve buna **bütiro indeksi** denir Yağlar için değerlendirme yaparken çizelgelerden refraksiyon indeksini bütiro indeksine çevirmek gerekir. Abbe refraktometresinde 25°C de incelenen zeytinyağının Kırılma indeksinde bütiro indeksi değerinden (59.4 - 63.6) sapma görülürse zeytinyağının başka yağlarla karışık olduğu düşünülür.

2) Yağlarda Kreis Deneyi ile Acılık Tayini

Yağların bozunması sırasında diğer aldehytlerle birlikte epihidrin aldehyt de oluşur. Kreis deneyi bu aldehytin rezorsin ve fluoroglusin gibi fenollerle renk reaksiyonuna dayanmaktadır.



Epihidrin aldehyt yağlarda gliserin ile asetal şeklinde bağlanmıştır, bunu serbest hale getirmek için yağ önce HCl ile muamele edilir.

- Eritilmiş 5 g yağ 5 mL HCl ile 1 dakika çalkalanır. 5mL % 0.6 rezorsin çözeltisi konup tekrar çalkalanır. 5 dakika sonra ayrılan asit tabakasının rengine bakılır. Acılaşmış veya ışıkta beyazlatılmış yağlarda bu tabaka koyu menekşe kırmızısı bir renk alır.
- Aynı deney %0.1 fluoroglusin çözeltisi ile yapıldığında acımış yağlarda renk kırmızısı olacaktır. Gıda maddeleri tüzüğüne göre zeytinyağında Kreis deneyi pembelik sınırını geçmemelidir.

3) Mineral Yağların Araştırılması:

Bir balon içine 1mL yağ 1mL doymuş KOH çözeltisi ve 25 mL alkol konarak dik soğutucuda sabunlaştırılır. Sabunlaşma sonucunda 25 mL su ilavesiyle ortam bulanırsa madeni yağların varlığı anlaşılır.

4) Sabunlaşma İndisi Tayini:

1 g yağın sabunlaşması için gereken potasyum hidroksidin miligram olarak miktarı ile gösterilir. Sabunlaşma indisi değeri ile yağların bozulma ve taşışşileri anlaşılır. Tereyağı için 221 - 230, sıvı yağlar için ise 187-198 arasında bir değer bulunmaktadır.

Deneyin yapılışı: 5 g yağ 50 mL ½ N alkolik potasyum hidroksit çözeltisi ile dik soğutucuda bir saat ısıtılır, alkalinin fazlası fenol ftalein karşısında ½ N HCl ile geri titre edilir.

$$\text{Sabunlaşma indisi} = \frac{(a - b) \times 28}{S}$$

a: 50 mL alkolik potasyum hidroksiti nötralize etmek için harcanan asit

b: Sabunlaşmadan artan potasyum hidroksiti nötralize etmek için harcanan asit

S: Yağın ağırlığı

5) Zeytinyağında Diğer Yağların Aranması:

Deneyin yapılışı: 5 mL yağ 5 mL nitrik asitle karıştırılarak 15 dakika beklenir. Saf zeytinyağında renk değişikliği olmaz, diğer yağlarda değişik renkler oluşur. Gıda Maddeleri Tüzüğü'ne göre çeşitli bitkisel yağların birbiriyle karıştırılması yasak olduğundan zeytinyağında sonuçta renk değişikliği olmamalıdır.

6) Zeytinyağında Serbest Yağ Asitleri Tayini:

Doğal yağlar az da olsa serbest yağ asitleri taşırlar ve bunların miktarı zamanla artar. 1 gram yağda serbest halde bulunan yağ asitlerini nötralleştirmek için harcanması gereken mg cinsinden alkali miktarı o yağın asit indeksi verir.

Bir erlende tartılan yaklaşık 5 g yağ önceden nötralle edilmiş 25 mL eter-alkol karışımında eritilir. Birkaç damla fenolftalein çözeltisi ilave edilerek 1/10 N KOH le titre edilir. Pembe renk elde edilinceye kadar harcanan KOH miktarı bulunur.

$$\text{Asit İndeksi: (AI)} = \frac{5,6 \times a \times f}{T}$$

$$\text{Serbest Yağ Asitleri \%si} = \frac{M \times a \times f}{100 \times T}$$

- a: Harcanan 0.1 N baz miktarı (mL)
f: Bazın Faktörü
T: Yağın tartılan miktarı (gram)
M: Söz konusu yağ asidinin molekül ağırlığı

Gıda maddeleri tüzüğüne göre, süzme zeytinyağında; serbest yağ asitleri yüzdesi olarak asit cinsinden % 0,8, ekstra-ekstra zeytinyağında %1,5 ekstra zeytinyağında %2,5;

1. yemeklik zeytinyağında % 3,5; 2.yemeklik zeytinyağında %4,5 i geçmez geçmez.

7)Tereyağda Asidite:

1 gram yağda serbest halde bulunan yağ asitlerini nötralleştirmek için harcanması gereken miligram cinsinden alkali miktarı o yağın asit indeksini verir.

Deneyin yapılışı: 5 g yağ önceden nötralle edilmiş 25 mL eter-alkol karışımında eritilir. Birkaç damla fenol ftalein çözeltisi ilave edilerek 1/10 N NoOH le titre edilir. Harcanan mL miktarı 2 ile çarpılırsa yağın asiditesi bulunur. Tereyağın asitlik derecesini % süt asidi cinsinden göstermek için asitlik derecesi 0.09 la çarpılır (1mL N NaOH =0.09 gr süt asidi). Bayat olmayan tereyağda asitlik derecesi 1-5 arasında; çok bayat ve kötü koşullarda saklanmış tereyağlarda daha fazladır. Gıda Tüzüğünde tereyağlar için asitlik 3, diğerleri için 3-10 arasında kabul edilmektedir. 10-15 arasında asit derecesindeki tereyağları tağış edilmiş, 15'i geçenler ise sağlığa zararlı sayılmaktadır.

8)Tereyağda margarin aranması:

Deneyin yapılışı: 5 g tereyağ bir beherde eritilir. Süzgeç kağıdına konan susuz Na₂SO₄ le suyundan kurtarıldıktan sonra bir tüpe süzülür. Bu süzüntünün yaklaşık 2 mL sine amil alkol karışımından 2 mL ilave edilir. Hafif alev üzerinde termometre ile karıştırılarak ısıtılır. Berraklaşınca tüp alevden çekilir ve termometre ile yine bulanıklaşınca kadar karıştırılır. Bulanıklık oluşunca termometrenin derecesi okunur. Bulanıklığın 48-53°C'ler arasında oluşması, tereyağın saf olduğunu gösterir. Margarinlerde bulanıklık 70-74°C'ler arasında oluşur. Margarin karıştırılmış yağlarda, karıştırma oranına bağlı olarak bulanıklık 53°C' nin üstünde çoğunlukla 60-63°C'ler arasında görülür.