

KGP104 GIDA ANALİZLERİ

YAĐ TAYİNİ

Yađlar, gliserinin yađ asitleriyle birleşmesi sonucu meydana gelmiş organik bileşiklerdir.

Yađlar sadece beslenme açısından önemli olmayıp, gıdanın duyusal kalitesi üzerinde de son derece etkili gıda bileşenleridir.

Gıdalarda toplam yađ tayini adıyla yapılan analiz işlemine ham yađ tayini adı da verilir.

Ancak yađla birlikte yađda çözünen diđer yađ benzeri bileşikler de tayin edildiđi için, yapılan bu işleme ham yađ veya lipit tayini denir.

Gıdalarda Toplam Yağ Tayini Yapılma Sebepleri

1. Yağ tayini, bazı meyve ve sebzelerde olgunluğun bir göstergesidir (örneğin zeytin).
2. Pekan gibi yemişlerde yağ miktarı, dolgunluğun bir göstergesidir.
3. Yağlı tohumlar ve diğer bazı gıdalarda yağ oranı, bu tohum ve gıdaların ticari değerini belirlemede önemli bir kriterdir.
4. Gıdaların raf ömrü, içeriğindeki yağın miktar ve çeşidi ile yakından alakalıdır.
5. Bazı gıdalarda lipit oksidasyonundan sonra kalan bir kısım yağlı bileşenler esmerleşme reaksiyonlarına neden olabilir. Bu da arzu edilmeyen görüntü, kötü koku ve aromanın oluşuma neden olur. Bu tür kalıntıların oranını belirlemek amacıyla yağ tayini yapılır.

-
6. Gıdanın genel bileşiminin tayini veya standartlara uygunluğunun kontrolü için gereklidir.
 7. Gıdanın besin değeri ve sağlığa uygunluğunun belirlenmesinde toplam yağ veya yağ benzeri bileşenlerin tayinleri önemlidir.
 8. Gıda etiketinde belirtilen yağ oranının doğru olmadığını kontrolü amacıyla yağ tayinleri yapılır.
 9. İşlenmiş veya ticari amaçla üretilen bazı gıdalarda taklit veya tahşiş olup olmadığını belirlemek amacıyla (Örneğin bazı gıda yağlarında iyot sayısını belirlemek suretiyle, katkılı olup olmadığı belirlenebilmektedir).

Gıda Analizlerinde Kullanılan Toplam Yağ Tayin Metotları

I. Ekstraksiyon Yöntemleri

1. Solvent Ekstraksiyon Yöntemleri

a. Sürekli Ekstraksiyon Sistemleri

b. Kesikli Ekstraksiyon Sistemleri

c. Maserasyon (materyalin çözücüde bekletilerek çözündürülmesi)

d. Yüksek Basınç / Sıcaklıkta Solvent Ekstraksiyonu

- Süper Kritik Akışkan Ekstraksiyon Yöntemi

- Hızlandırılmış Solvent Ekstraksiyon Yöntemi

a. HOB-ART Metodu

b. Rendering Metodu

c. Ohmik Isıtma Metodu

d. Mikrodalga Fırında Isıtma Yöntemi

III. Fiziksel Özelliklere Dayanan Ölçümler

- a. Elektriksel İletkenlik
 - b. Özgül Ağırlık veya Yoğunluk Ölçme Metodu
-
- c. Ultrasonik Hız

IV. Işınsal Metotlarla Yapılan Yağ Tayinleri

- a. Milko-tester
- b. IR Işınlarnının Kullanıldığı Yöntem
- c. X-Ray Absorbsiyon Yöntemi
- d. NMR Metodu
- e. Refraktometrik Metotlar
- f. K_{40} izotop metodu
- g. Ultrason Metodu

V. Formülle Hesaplama Metodu

I. Ekstraksiyon Yöntemleri

Solvent Ekstraksiyon Yöntemleri

Ekstraksiyon yöntemlerinin esası; kimyasal çözücülerle katı veya sıvı gıdalardan yağ ve benzeri bileşikleri çözündürerek diğer kısımlardan ayırmaktır.

Analiz materyalinin her tarafının çözücü ile teması esas olmalıdır.

Çözücüde çözünen kısımlar, doğrudan çözücüye geçer ve daha sonra bunlar destilasyonla çözücüden ayrılır.

Soxhlet Yöntemi

Çözücünün cihazın bir bölümünde kaynatılarak damıtılması ve biriken çözücünün bir müddet örnek üzerinde tutulup daha sonra (sifonla) geriye dönmesiyle gerçekleştirilir.

Burada kullanılan çözücü aşırı uçucu, yanıcı özellikte olmamalı veya sistem çok iyi kapatılmalıdır.

Yağ analizi yapılacak örnek, su ihtiva ediyorsa önce kurutulur ve bir filtre kağıdının/kartuş içine konarak soxhlet cihazının içine yerleştirilir.

4-8 saat süreyle ekstraksiyona devam edilir, daha sonra kartuş kurutulur, tartılır ve ağırlık kaybından yola çıkılarak gerekli hesaplamalar yapılır.

Sistemdeki bağlantı yerlerinde kauçuk veya mantar tıpa kullanılmamalıdır. Çünkü bunlar çözücüden etkilenebilir.

İşlem Basamakları

Daha önce etüvde kurutulmuş ve desikatörde soğutulmuş olan ve içinde iki tane cam boncuk bulunan balon 1mg duyarlılıkta tartılarak dârası alınır.

Örnek öğütüldükten sonra yaklaşık 5-10 g \pm 5 mg duyarlılıkta tartılır.

Tartılan numune, çözücü ile ıslatılmış küçük bir parça pamuk tampon kullanılarak kartuşa konur.

Tartı kabındaki numunenin kartuşa aktarılmasında öğütülmüş en ufak bir zerresi kalmamalıdır.

Kullanılan pamuk tampon ile kartuş kapatılır.

Kartuş ekstraktöre yerleřtirilir.

Balona yeterli miktarda (yaklařık 150 ml-1.5 sifon hacmi) çözücü ilave edilir.

Balon, ekstraktör ve soğutucu birbirine baėlanır.

Su banyosu veya ısıtıcı tabla üzerine yerleřtirilir.

Çözücü yavaş kaynayacak řekilde sıcaklık ayarlanır.

Geri damıtma hızı dakikada en az üç damla olmalıdır.

6-8 saatlik ekstraksiyon uygulanır.

Süre sonunda ekstraksiyon durdurulur .

Balonun içerisindeki çözücünün büyük bir kısmı damıtılarak geri alınır.

Bu işlem sırasında yağ balonu içerisinde toplanan yağın yanmamasına dikkat edilmelidir.

Geriye kalan az miktardaki çözücünün uzaklaştırılması için cam balon 103 °C'ye ayarlı etüve konur.

Süre sonunda, desikatörde en az bir saat süreyle soğutulan balon 1mg duyarlılıkta tartılır.

Balon tekrar aynı sıcaklıktaki etüve konur ve 10 dakika beklendikten sonra soğutulup ikinci kez tartılır.

İki tartım arasındaki fark 10 mg'dan fazla olmamalıdır.

Yağ miktarı kuru madde üzerinden istenirse; Örnek önce etüvde kurutulur. Kuru madde hesaplanır. Daha sonra ekstraksiyon işlemi yapılır.Yağ miktarı hesaplamada, örnek ağırlığı % kuru maddede bulunan sonuç alınarak hesaplanır.

$$\%Yağ (g /100 g) = \frac{M2-M1}{m} \times 100$$

M1 = Sabit tartıma getirilmiş balonun ağırlığı (g).

M2 =Balonda son tartımda bulunan toplam yağ miktarı (g).

m = Alınan örneğin ağırlığı (g)

Eğer sonuç kurumadde üzerinden isteniyorsa bulunan %yağ değeri $100/(100-R)$

ÖRNEK:

Bir gıda maddesinde yağ analizi için örnekten 5.0184 g tartılmıştır. Cam balonun darası 98.2807 g dır. Ekstraksiyon işlemi sonunda balonda tartılan yağ miktarı ise 100.2923 g gelmiştir. Buna göre % yağ miktarını formüle göre hesaplayınız.

Ekstraksiyonun Süresini Etkileyen Faktörler

1. Materyalin tabiatı

2. Çözücünün tabiatı

(kullanılan çözücünün çözme gücü, çözücünün materyale diffüze olabilme gücü, çözücünün sahip olduğu polarite)

(polaritesi hiç olmayan çözücüler sadece trigliseritleri çözerken, polaritesi yüksek olan çözücüler ise kısmen polar özellik gösteren lipitleri çözer)

3. Materyalin yüzey genişliği

4. Çözücünün sirkülasyon hızı

5. Materyal ile çözücünün nispi oranı

Ekstraksiyonda Çözücü Seçimi

Yağ ekstraksiyonlarında kaynama noktası düşük ve su ihtiva etmeyen çözücüler seçilmelidir.

Ayrıca hangi bileşik ekstrakte edilecekse, ona uygun bir çözücü veya çözücü karışımı kullanılmalıdır.

Örneğin nonpolar lipitler ekstrakte edilecekse, polaritesi çok düşük veya tamamen nonpolar solventler seçilmelidir.

Diğer taraftan polar lipitler ekstrakte edilecekse, nispeten polar solventler seçilmelidir.

Yağ analizlerinde çözücü olarak en fazla etil eter, petrol eteri, perklor eter, metilen klorit gibi solventler kullanılır.

Her bir çözücü ayrı ayrı kullanılabilceđi gibi belirli oranlarda karışık olarak ta kullanılır.

Genel olarak ekstraksiyonda etil eter yerine petrol eteri tercih edilir. Nedenleri;

1. Petrol eteri daha ucuzdur.
2. Petrol eteri etil eter kadar saf değildir ve içerisinde bir miktar diğer solventler de vardır. Bu da solventin etkinliğini artırıcı bir rol oynar.
3. Etil eterin, su ve suda çözünen diğer bileşenleri de çözme özelliği vardır.
4. Etil eterin alev alma ve patlayıcılık özelliği daha yüksektir.

KAYNAKLAR

Yetim, H. 2001. Gıda Analizleri (Ders Notu), Atatürk Üniversitesi Ziraat Fakültesi Ders Yayınları No:227, Erzurum, 161 s.