

37 Adet Yağ Asidinin Ayrımı ve Çeşitli Yağlara Uygulaması

Hale Seçilmiş, Mustafa Yılmazer*

S.D.Ü., Deneysel ve Gözlemsel Öğrenci Araş. ve Uygulama Merkezi , Isparta

* myilmazer@sdu.edu.tr

Özet

Günümüzde bazı gıdalarda bulunan yağ asitlerinin saptanmasında bir çok yöntem kullanılmaktadır. Bunlara örnek olarak spektrofotometrik, gravimetrik, ve volumetrik yöntemler verilebilir. Ancak gıda numunelerinin yapısının oldukça kompleks olmasından dolayı Gaz Kromatografi, Sıvı Kromatografi, Süperkritik Sıvı Kromatografi, Nükleer Rezonans Spektrometri, Fourier Transform Infrared Spektroskopi ve Kapiler Elektroforez gibi analitik tekniklerin kullanımını zorunlu hale getirmiştir. Yağlarda bulunan yağ asitlerinin ayrımında günümüzde en çok GC ve HPLC sistemleri kullanılmaktadır. Son yıllarda HPLC tekniğinin kullanılmasına rağmen bu teknikte piklerin kolondan birlikte elüsyonundan dolayı özellikle kompleks karışımların ayrımında etkili ve hızlı bir teknik olan GC kullanımı daha ön plana çıkmaktadır.

Anahtar kelimeler: Gaz kromatografi, FID dedektör, yağ asidi metil esterleri.

Giriş

Yağlar, biyolojik membranlarda gerekli yapısal kısımları oluşturan ve hücrede enerji depolama görevini yapan moleküllerdir. Yağ asitleri ise yağların hidrolizi ile oluşan alifatik karboksilik asitlerdir. Doğal yağlarda bulunan yağ asitleri farklı zincirler ve siklopropan halkalarından oluşmaktadır. Yağların özellikleri hakkında bilgi sahibi olmak için yağ asitlerinin yapılarının kalitatif ve kantitatif olarak aydınlatılması gerekmektedir. Özellikle tükettiğimiz çoğu yağda bulunan palmitik asit, stearik asit, oleik asit, linoleik asit ve linolenik asit miktarlarının oranlarının bilinmesi insan sağlığı açısından önemlidir.

Yaptığımız bu çalışmada öncelikle 37 adet yağ asidi metil esteri standardının optimum ayrımı yapılarak türevlendirilmiş numunelere uygulanmıştır. Bu numunelerdeki yağ asidi metil esterleri oranlarının belirlenebildiği görülmüştür.

Materiyal ve Yöntem

Çizelge 1: Kullanılan gaz kromatografi sistemi ve çalışma şartları

Kullanılan Cihaz:	Perkin Elmer Auto System XL Gas Chromatograph
Kolon:	Cp SIL 88 FOR FAME (100 m * 0,25 mm, 0,2 µm)
Enjektör Sıcaklığı:	240 °C
Dedektör Sıcaklığı:	240 °C
Sıcaklık Programı:	60 °C de 4 dakika bekledikten sonra 175 °C'de dakikada 13 °C'lik artışla ulaşılmıştır. 175 °C'de 27 dakika beklendikten sonra dakikada 4°C'lik artışla 215°C'ye ulaşılmıştır. Bu sıcaklıkta 5 dakika beklenip 4°C'lik artışla 240°C'ye ulaşılmış ve bu sıcaklıkta 15 dakika beklenmiştir.
Taşıyıcı Gaz:	He
Akış Hızı:	15 cm/saniye
	Numune Hazırlama
50 mikrolitre yağ alınmış ve metoksit ile bir gece türevlendirildikten sonra sisteme verilmiştir.	

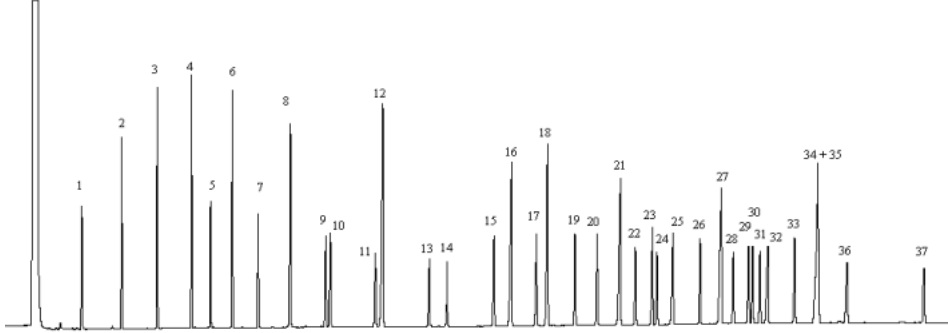
Bulgular ve Tartışma

Bu çalışmada öncelikle 37 adet yağ asidi metil esteri standardının optimum ayrımı için çalışılmıştır. Bunun için farklı sıcaklık programları ve akış hızları denenmiştir. İlk etapta başlangıç sıcaklığı 120 °C seçilmiştir. Bu başlangıç sıcaklığında çözücü piki ile butirik asit metil esterine ait pik (1 nolu pik) ayrılamamıştır. Bu nedenle başlangıç sıcaklığı 60 °C olarak seçilmiştir. İkinci etapta ise 230 °C'ye dakikada 4 °C'lik artışlarla çıkılmıştır. Bu çalışma programı ile cis-11-eikoseneik asit metil esteri piki (23 nolu pik) ile linoleik asit metil esteri piki (24 nolu pik), arachidonik asit metil esteri piki (31 nolu pik) ile trikosonik asit metil esteri piki (32 nolu pik) gibi bazı birbirine yakın piklerin ayrımının olmadığı görülmüştür. Üçüncü etapta ise, akış hızı 20 cm/saniye olarak girilmiş böylece analiz süresinin kısaltılması hedeflenmiştir. Ancak özellikle lignocerik asit metil esteri (34 nolu pik) ve cis-5,8,11,14,17-eicosapentaenik asit metil esterine ait pikin (35 nolu pik) birlikte elue olduğu görülmüştür (Şekil 1). Daha düşük akış hızlarında ise birbirine yakın bazı pikler birlikte elue olmuş ve analiz süresi uzamıştır. Optimum akış hızı ve sıcaklık programı çizelge 1'de yer almaktadır (Şekil 2).

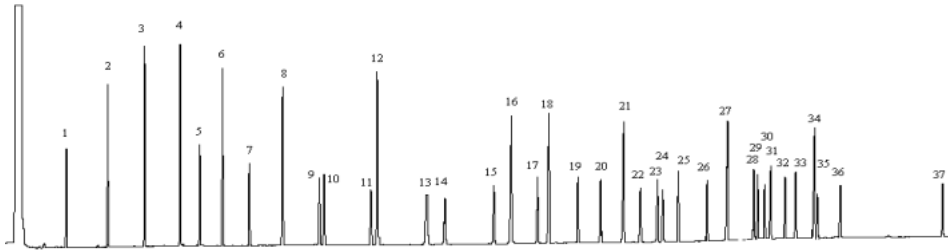
Çizelge 2: Bileşenlere ait alıkonma süreleri

Pik No	Rt	
1	15,61	Butirik asit metil ester(C4:0)
2	18,33	Kaproik asit metil ester(C6:0)
3	20,77	Kaprilik asit metil ester(C8:0)
4	23,11	Kaprik asit metil ester(C10:0)
5	24,41	Undekanoik asit metil ester(C11:0)
6	25,91	Laurik asit metil ester(C12:0)
7	27,67	Tridekanoik asit metil ester(C13:0)
8	29,87	Miristik asit metil ester(C14:0)
9	32,3	Miristoleik asit metil ester(C14:1)
10	32,61	Pentadekanoik asit metil ester(C15:0)
11	35,7	cis-10-pentadekanoik asit metil ester(C15:1)
12	36,17	Palmitik asit metil ester(C16:0)
13	39,42	Palmitoleik asit metil ester(C16:1)
14	40,64	Heptadekanoik asit metil ester(C17:0)
15	43,88	cis-10-heptadekanoik asit metil ester(C17:1)
16	45,03	Stearik asit metil ester(C18:0)
17	46,76	Elaidik asit metil ester(C18:1n9t)
18	47,5	Oleik asit metil ester(C18:1n9c)
19	49,41	Linolelaidik asit metil ester(C18:2n6t)
20	50,93	Linoleik asit metil ester(C18:2n6c)
21	52,44	Araşidik asit metil ester(C20:0)
22	53,54	γ -linolenik asit metil ester(C18:3n6)
23	54,68	cis-11-eicosenoik asit metil ester(C20:1)
24	55,02	Linolenik asit metil ester(C18:3n3)
25	56,05	Heneikosanoik asit metil ester(C21:0)
26	57,95	cis-11,14-eikosadienoik asit metil ester(C20:2)
27	59,29	Behenik asit metil ester(C22:0)
28	60,14	cis-8,11,14-eicosatrienoik asit metil ester(C20:3n6)
29	61,03	Erucic asit metil ester(C22:1n9)
30	61,29	cis-11,14,17-eicosatrienoik asit metil ester(C20:3n3)
31	61,74	Araşidonik asit metil ester(C20:4n6)
32	62,14	Trikosanoik asit metil ester(C23:0)
33	63,79	cis-13,16-dokosadienoik asit metil ester(C22:2)
34	65,04	Lignocerik asit metil ester(C24:0)
35	65,21	cis-5,8,11,14,17-eikosapentaenoik asit metil ester(C20:5n3)
36	66,74	Nervonik asit metil ester(C24:1)
37	73,25	cis-4,10,13,16,19-dokosahekzaenoik asit metil ester(C22:6n3)

Türkiye 9. Gıda Kongresi; 24-26 Mayıs 2006, Bolu



Şekil 1: 20 cm/saniye akış hızı ile elde edilen kromatogram



Şekil 2: 15 cm/saniye akış hızı ile elde edilen kromatogram

Sonuç

Biyolojik ortamlarda büyük önemi olan yağ asitleri Gaz Kromatografisi ile metil esterleri şeklinde analiz edilebilmektedir. Ayçiçek yağı, aspir yağı, havuç yağı ve balık yağı gibi örneklere başarı ile uygulanmış, sonuçlar GC-MS ile de konfirme edilmiştir.

Kaynaklar

1. Sushchik NN, Gladyshev MI, Moskvichova AV, Makhutova ON, Kalachova GS. 2003. Comparison of fatty acid composition in major lipid classes of the dominant benthic invertebrates of the Yenisei river. *Comp. Biochem. Physiol*, 134: 111-122.