

## **Gaz Kromatografisi Headspace Sistemi ile Süt Ürünlerinde Bazı Aroma Bileşenlerinin Analizi**

Mustafa Yılmazer\*, Hale Seçilmiş

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

\*myilmazer@sdu.edu.tr

### **Özet**

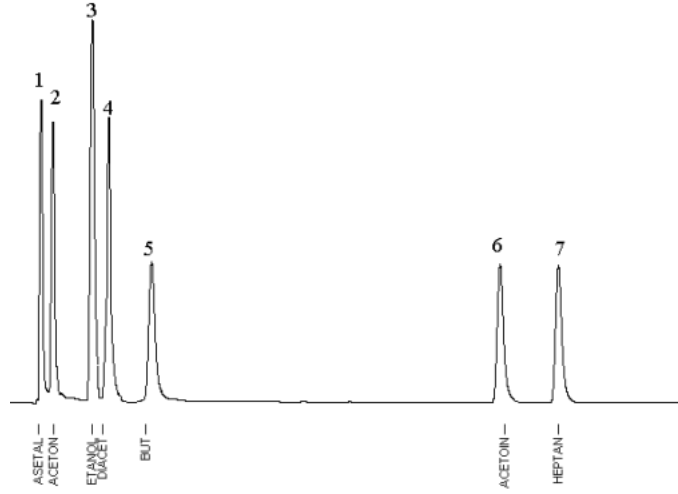
Gaz kromatografi sisteminde tayini yapılamayan uçucu bileşenlerin eser derişimlerinin tayininde headspace tekniğinin kullanılması gerekmektedir. Headspace metotları, organik uçucuların tayininde uygun olan indirekt metotlardır. Numunede diğerkromatografik tekniklerle analizin yapılamadığı durumlarda en önemli tekniklerdir. Bu tip analiz yöntemi, özellikle gıdalarda, gıdaya aromasını veren bileşenlerin derişimlerinin saptanmasının önemli olduğu uçucu türlerin analizinde gaz kromatografi sisteminin yeterli olmadığı koşullarda kullanılır. Bu sistem, normal gaz kromatografi sisteminin çalışma kapsamını son derece genişletmektedir.

**Anahtar kelimeler:** Gaz kromatografi, FID dedektör, headspace, aroma.

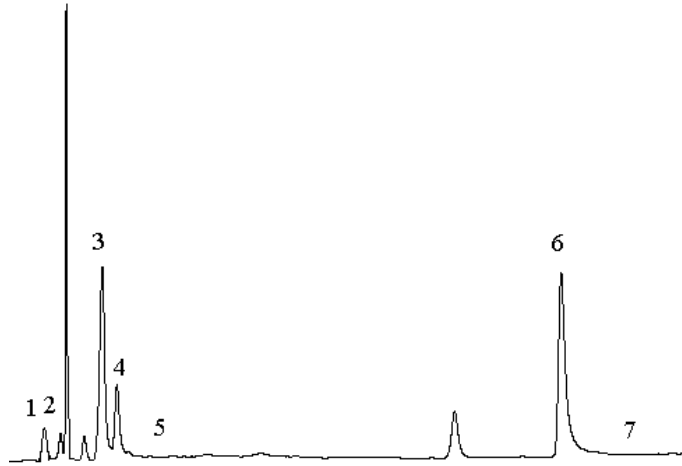
### **Giriş**

Gıdalarda bulunan uçucu aroma bileşenlerinin analizi, gıda hammaddelerinin üretim aşamasından, depolama aşamasına kadar olan basamaklarda kontrolünü sağlamaktadır. Gaz kromatografi (GC), uçucu faza geçebilen organik bileşiklerin analizinde sıkça kullanılan bir tekniktir. Ancak aroma bileşenlerinin derişiminin çok düşük olduğu bazı çalışmalarda, aroma bileşenlerinin gaz kromatografi sistemine verilmeden önce deriştirilmesi gerekmektedir. Bu amaçla sıvı-sıvı ekstraksiyonu ve katı-faz mikroekstraksiyon yöntemleri kullanılmaktadır. Son yıllarda, gerek çok düşük çözücü gerektirmesi gerekse çok az bir numune hazırlık aşamasına ihtiyaç duyması gibi nedenlerle headspace tekniği aroma analizlerinde sıkça başvurulan bir yöntem haline gelmiştir. Bu çalışmada ; süt ürünlerinde bulunan ve gıdaya aromasını veren asetaldehid, etanol, aseton, diasetil, 2-butanol, heptanol, aseton bileşenlerinin ayrımı yapılmış ve numunelere uygulanmıştır. Numunelerde bulunan bileşenlerin kantitatif yorumları yapılmıştır.

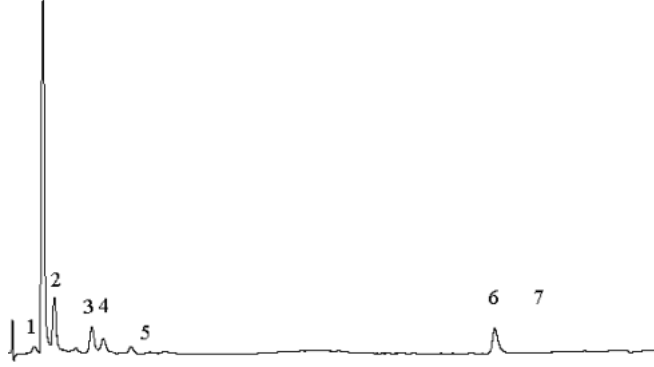
**Çizelge ve Şekiller**



Şekil 1. Standart karışımına ait kromatogram. 1) Asetaldehit, 2) Aseton, 3) Etanol, 4) Diasetil, 5) 2-Butanol, 6) Asetoin, 7) Heptanol



Şekil 2. Peynir numunesine ait kromatogram. 1) Asetaldehit, 2) Aseton, 3) Etanol, 4) Diasetil, 5) 2-Butanol, 6) Asetoin, 7) Heptanol



Şekil 3. Yoğurt numunesine ait kromatogram. 1) Asetaldehit, 2) Aseton, 3) Etanol, 4) Diasetil, 5) 2-Butanol, 6) Asetoin, 7) Heptanol

### **Materyal ve Yöntem**

Çizelge 1: Kullanılan gaz kromatografi sistemi ve çalışma şartları

Kullanılan Cihaz:	Perkin Elmer Auto System XL Gas Chromatograph
Kolon:	PE WAX (30 m X 0.32 i.d)
Enjektör Sıcaklığı:	180 °C
Dedektör Sıcaklığı:	200 °C
Sıcaklık Programı:	35 °C'de 5 dakika bekledikten sonra dakikada 5 °C'lik artışla 150 °C'ye ulaşmakta ve bu sıcaklıkta 5 dakika beklenmektedir.
Taşıyıcı Gaz:	He
Akış Hızı:	25 psi
	Numune Miktarı
Katı:	2 g numune
Sıvı:	4 mL numune

Çizelge 2: Kullanılan headspace sistemi ve çalışma şartları

Kullanılan Cihaz:	Perkin Elmer Headspace Sampler Turbo Matrix 16
Needle:	90 °C
Transfer line:	120 °C
Vial oven:	85 °C
Termostat time:	5 dakika
Pressurize time:	0.5 dakika
Inject time:	0.08 dakika
Withdraw time:	0.5 dakika
Head pressure:	27 dakika

## **Bulgular ve Tartışma**

Çizelge 3: Çalışan bileşenlere ait grafikler ve bu grafiklere ait değerler

Bileşen	$y = a + bx$	R	SD	% CV
Asetaldehit	$y = 2528.0 + 44712.3x$	0.9998	10252.3	2.03
Aseton	$y = -1569.2 + 32763.9x$	0.9993	755.8	4.1
Etanol	$y = 1885.0 + 15140.3x$	0.9991	15452.4	5.0
Diasetil	$y = 811.6 + 19378.7x$	0.9998	259.6	2.6
Asetoin	$y = 270.4 + 1866.6x$	0.9997	308.5	3.21
2-Butanol	$y = -1388,1 + 84360.4x$	0.9995	695.4	3.14
Heptanol	$y = -899.8 + 507.5x$	0.9994	377.2	3.54

## **Sonuç**

Çizelge 4: Yoğurt ve peynir numunelerine ait sonuçlar

Bileşen	Yoğurt Numunesi	Peynir Numunesi
Asetaldehit(ppm)	4.30	2.10
Aseton(ppm)	0.93	1.00
Etanol(ppm)	1.00	4.59
Diasetil(ppm)	0.47	5.65
Asetoin(ppm)	14.2	273.95
2-Butanol(ppm)	-	-
Heptanol(ppm)	-	-

Headspace GC-FID sistemi kullanılarak yapılan bu çalışmada numune hazırlama yöntemi için gereken ekstraksiyon basamağının kapalı headspace viali içinde yapılması, uçucu türlerin kaybını önlediği için analitik verilerden de görüldüğü gibi yüksek kesinlik ve doğrulukla analizler yapılmıştır. Bu ayırım ile farklı karakterdeki numunelere rahatlıkla uygulanabilmektedir.

## **Kaynak**

1. Madrera RR, Hevia AG, Valles BS. 2005. Application of purge and trap extraction and gas chromatography for determination of minor esters in cider. J. of Chrom. A, 1069: 245-251.