

Naturel Zeytinyağındaki Lezzet Maddelerinin Belirlenmesinde Kullanılan Yöntemler

Arınç Kaftan^{1*}, Yeşim Elmacı²

¹ Zonguldak Karaelmas Üniv., Çaycuma M.Y.O, Gıda Tek. Böl., Çaycuma

² Ege Üniv., Mühendislik Fakültesi, Gıda Müh. Bölümü, Bornova, İzmir

* kaftana@egenet.com.tr

Özet

Zeytinyağı lezzeti ile ilgili belirlenebilen uçucu bileşenlerin sayısı, kullanılan metoda ve zeytinyağının kalitesine bağlı olup, uygun hasat olgunluğundaki sağlıklı zeytinlerden ekstrakte edilen zeytinyağı, belirgin uçucu bileşen fraksiyonuna sahiptir. Uçucu bileşenlerin analizinde yer alan aşamalar; uçucu bileşenlerin izolasyonu, konsantrasyonu, bileşenlerine ayırma ve tanımlama olarak sıralanmaktadır. Lezzete katkısı olan uçucu bileşenlerin analizi, zenginleştirme içeren ve zenginleştirme içermeyen teknikler olarak ikiye ayrılmaktadır. Zenginleştirme içeren teknikler, çözgen ekstraksiyonu, destilasyon-ekstraksiyon, dinamik tepe boşluğu, SFE (Süper Kritik Akışkan Ekstraksiyonu), SPME (Katı Faz Mikro Ekstraksiyon), SIDA (Stabil İzotop Seyreltme) olarak; zenginleştirme içermeyen teknikler, direkt enjeksiyon ve statik tepe boşluğu olarak adlandırılmaktadır. Bu çalışmada, naturel zeytinyağında lezzet bileşenlerinin belirlenmesi amacıyla kullanılan dinamik tepe boşluğu, SPME, SFE, SIDA, elektronik burun yöntemleri ile bilgi verilmiş, bu yöntemlerin üstünlükleri ve sınırlılıkları tartışılmıştır.

Anahtar kelimeler: Naturel zeytinyağı, aroma, lezzet, uçucu bileşen.

Giriş

Naturel zeytinyağı, zeytin ağacı meyvesinden (zeytin), fiziksel işlemler uygulanarak elde edilen, hiçbir kimyasal işlem görmeyen, berrak, yeşilden sarıya değişebilen renkte, kendine özgü tat ve kokuda, naturel halinde gıda olarak tüketilebilen mamul olarak tanımlanmaktadır (1). Lezzet, zeytinyağı sınıflandırmasında önemli bir kriter olup zeytinyağında lezzete katkıda bulunan bileşenlerin tanımlanması, kalite ve taşışın belirlenmesinde aydınlatıcı bir özellik olarak belirlenmiştir. Naturel zeytinyağında, lezzet ile ilişkilendirilen uçucu ve bazı uçucu olmayan özellikte bileşenler bulunmaktadır. C₆ aldehytler, C₆ alkoller ve esterlerinin zeytinyağı lezzetine olumlu katkısı olan bileşenler olarak belirlenirken, C₇-C₁₁ tekli doymamış aldehytler, C₆-C₉ dienal, C₅ dallanmış aldehytler veya C₈ ketonların zeytinyağı lezzetine ransit, sirkemsi, küflü, çamurlu, çökelek gibi olumsuz duyuşal özellikler ile ilişkili olduğu ifade

edilmektedir (2). Uçucu bileşenlerin belirlenmesi, zenginleştirme içeren ve zenginleştirme içermeyen teknikler olmak üzere iki grup altında incelenmektedir. Zenginleştirme içeren teknikler, çözgen ekstraksiyonu, destilasyon-ekstraksiyon, dinamik tepe boşluğu, SFE (Süper Kritik Akışkan Ekstraksiyonu), SPME (Katı Faz Mikro Ekstraksiyon), SIDA (Stabil İzotop Seyreltme) olarak; zenginleştirme içermeyen teknikler, direkt enjeksiyon ve statik tepe boşluğu olarak adlandırılmaktadır. Bu çalışmada, naturel zeytinyağında lezzet bileşenlerinin belirlenmesi amacıyla kullanılan dinamik tepe boşluğu, SPME, SFE, SIDA, elektronik burun yöntemleri ile bilgi verilmiş, bu yöntemlerin üstünlükleri ve sınırlılıkları tartışılmıştır.

Naturel zeytinyağında lezzet bileşenlerinin belirlenmesi için kullanılan yöntemler

Dinamik Tepe Boşluğu: Zenginleştirme içeren tekniklerden biri olan dinamik tepe boşluğu, uçucu bileşenlerin uygun adsorban tuzakta tutulduktan sonra yüksek çözünürlük gaz kromatografisi ile termik desorbsiyon veya çözgenle elüsyonu olarak tanımlanmaktadır (2). Tuzak olarak aktive edilmiş kömür (3, 4) Carbotrap-300 (5), Tenax-TA (5, 6) kullanılan yöntemde uçucu maddeler diyetiler ile ekstrakte edilmektedir. Bu yöntemle, uçucu bileşenlerin kantitatif tayini yapılabilen, uçucu bileşen miktarının, sıcaklığa, örnek büyüklüğüne, süpüren gaz miktarına, ekstrakte edilen materyalin ve tuzak olarak kullanılan materyalin fiziko-kimyasal özelliklerine bağlı olduğu belirtilmektedir (2).

SPME: Bu teknik, uygun fiberin örneğin bulunduğu ortama daldırılması ile örnek ve sıvı faz arasında partiyon sonucu bileşenlerin fiber tarafından adsorbsiyonuna ve bu bileşenlerin gaz kromatografisinde termal desorbsiyona dayanmaktadır (7). Vichi vd (8) SPME ile naturel zeytinyağının kantitatif ve yarı kantitatif analizinde, dört farklı fiber kullanarak 100'den fazla bileşen izole ederek tanımlamışlardır. Divinilbenzen(DVB)-Carboxen(CAR)-Polidimetilsiloksan (PDMS) fiber zeytinyağları için en uygun fiber olarak belirlenmiştir. Naturel zeytinyağında SPME tekniği ile PDMS-DVB fiber kullanılarak kantitatif analizinin gerçekleştirildiği bir çalışmada, fiberdeki doygunluk ve bileşenler arasındaki rekabetin, düşük konsantrasyonlarda, doğrulukta kayıplara neden olduğu belirtilmiştir. Bu sınırlılıklar, fiberin kaplama kapasitesini aşmayacak şekilde, yağı seyreltmek yoluyla aşılmıştır. SPME, örnekleme- ekstraksiyon- konsantrasyon aşamalarıyla, örneğin tek adımda analize alınabilirdiği, çözgensiz, basit, etkin, adsorbsiyon/desorbsiyon tekniği olarak tanımlanmaktadır (9). Naturel zeytinyağında deodorizasyon ve rafinasyon işleminin yokluğunu gösteren uçucu ve yarı uçucu aromatik hidrokarbonların araştırılmasında DVB-CAR-PDMS fiber kullanılarak gerçekleştirilen çalışmada SPME'nin güvenilir, hızlı ve basit bir metod olduğu

belirtilmektedir. Ancak yüksek sıcaklık faktörünün, örnekten tepe boşluğuna analit transferini ve konsantrasyonu artırdığı, SPME tekniğinin, zeytinyağında aromatik hidrokarbonların kalitatif ve kantitatif analizi için çözgensiz, güvenilir, konsantrasyon aşamasına gerek duymayan, uygun bir yöntem olduğu vurgulanmıştır (10). SPME tekniği ile dinamik tepe boşluğu yöntemi kıyaslandığında, dinamik tepe boşluğu yöntemi ile oldukça çok bileşenin analiz edilebildiği, ancak analiz süresinin daha uzun olduğu gözlenmiştir. Dinamik tepe boşluğu yönteminde, gaz akış hızı/yağ miktarı oranı arttıkça ve buna karşılık SPME'de tepe boşluğu/yağ miktarı oranı yükseldikçe daha iyi sonuç alındığı vurgulanmıştır. Dinamik tepe boşluğu ve SPME'nin tuzak materyali, sıcaklık gibi uygun işlem şartları sağlandığında, naturel zeytinyağında uçucu bileşen izolasyon ve tanımlamada etkin ve doğru teknikler olduğunu göstermektedir (5).

SFE (Super kritik akışkan ekstraksiyonu): Bu yöntemde, uçucu bileşenler süperkritik akışkan ekstraktörünün çıkışına bağlanan tuzaklarda tutulmakta ve tuzaklar, GC'de termal desorbsiyona uğratılmaktadır. Superkritik akışkanların hızlı ekstraksiyon süresi, farklı yoğunluk ve basınç değerlerinde çözme gücü, yüksek verimliliği yonteme kullanım üstünlüğü sağlamaktadır. Morales vd (11) naturel zeytinyağında Tenax TA tuzak olarak kullanmış ve bileşen sayısının dinamik tepe boşluğu yöntemine göre daha fazla olduğunu, meyve lezzetine katkısı olan bileşenlerin ise daha düşük düzeyde olduğunu belirlemişlerdir.

SIDA (Stabil İzotop Seyreltme Deneyi): SIDA yönteminde, koku maddelerinin döterlenmiş bileşenleri iç standart olarak analizlenmektedir. Döterlenmiş bileşenler ile analitin yapısal benzerliği nedeniyle örnek hazırlama aşamasındaki kayıp, reaktivite ve kromatografik problemler sorun yaratmamaktadır. Ancak bu teknik, pek çok döterlenmiş bileşen hazırlanmasını gerektirdiğinden genellikle, zeytinyağı lezzetine en fazla katkıda bulunan bileşenleri tanımlamada kullanılmaktadır (2).

Elektronik Burun: Duyusal analizlerde, bireye bağlı fiziksel ve psikolojik faktörler gibi problemlerin varlığı, insan koku duyularını taklit edebilen, aromatik parmak izini saptayabilen özellikte elektronik burunun üretilmesine yol açmıştır. Bu yöntemde, gaz fazındaki kimyasal bileşenlerin polimerlerin iletkenliklerinde yarattıkları değişim standart direnç ölçüm teknikleri ile saptanmaktadır. Dört farklı sensörün kullanıldığı bir çalışmada tepe boşluğundaki bileşenler elektronik burun ile analizlenmiştir. Bu amaçla elektrokimyasal ve kimyasal yolla üretilen dört adet sensor kullanılmış olup iletken polimer sensorlerin yağ sınıflandırmasında kullanılabileceği ifade edilmektedir (12). 16 iletken polimer gaz sensorünün, statik tepe boşluğu örnekleme ünitesi birlikte kullanıldığı çalışmada, polimer bazlı iletken sensorler yardımıyla, sadece zeytinyağının duyusal özellikleri değil, aynı

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

zamanda zeytinyağının türü ve zeytine bağlı varyete farklılıkları da tesbit edilebilmiştir (13).

Kaynaklar

1. ANON.1996. Yemeklik Zeytinyağı, TS 341, Türk Standardları Enstitüsü. 10s.
2. Angerosa F. 2002. Influence of volatile compounds on virgin olive oil quality evaluated by analytical approaches and sensor panels. *Eur.J.Lipid Technol*, 104: 639-660.
3. Angerosa F, Giacinto L, Vito R, Cumitini S.1996. Sensory evaluation of virgin olive oils by artificial neural network processing of dynamic head-space gas chromatographic data.*J.Sci Food Agric*, 72: 323-328.
4. Dhifi W, Angerosa F, Serraicco A, Ouamar I, Hamrouni I, Marzouk B. 2005. Virgin olive oil aroma: Characterisation of some Tunisian cultivars. *Food Chem*. 93: 697-701.
5. Kanavouras A, Kiritsakis A, Hernandez R.J. 2005. Comparative study on volatile analysis of extra virgin olive oil by dynamic headspace and SPME. *Food Chem*, 90: 69-79.
6. Luna G, Morales M.T, Aparicio R, 2005. Characterisation of 39 varietal virgin olive oils by their volatile compositions. *Food Chem*, article in Pres.
7. Yang X, Peppard T. 1994. Solid- Phase Microextraction for Flavor Analysis. *J.Agric.Food Chem*, 42:1925- 1930.
8. Vichi S, Castellote A.I, Pizzale L, Conte L.S, Buxaderas S, Lopez-Tamames E, 2003. Analysis of virgin olive oil volatile compounds by headspace solid- phase microextraction coupled to gas chromatography with mass spectrometric and flame ionisation detection. *J of Chrom. A*, 98:1-2, 19-33.
9. Contini M, Esti M. 2006. Effect of the matrix volatile composition in the headspace solid- phase microextraction analysis of extra virgin olive oil. *Food Chem*. 94: 143-150.
10. Vichi S, Pizzale L, Conte L.S, Buxaderas S, Lopez-Tamames E. 2005. Simultaneous determination of volatile and semi-volatile aromatic hydrocarbons in virgin olive oil by headspace solid-phase microextraction coupled to GC/MS. *J of Chrom. A*, 1090: 146-154.
11. Morales M.T, Berry A.J, McIntyre P.S, Aparicio R. 1998. Tentative analysis of virgin olive oil aroma by SFE–HRGC/MS. *J of Chrom A*, 819: 267-275.
12. Stella V, Barisci J.N, Serra G, Wallace G.G, Rossi D. 2000. Characterisation of olive oil by an electronic nose based on conducting polymer sensors. *Sensors and Actuators B*, 63: 1-9.
13. Guaderrama A, Rodriguez-Mendez M.L, Sanz C, Rios J.L, Saja J.A. 2001. Electronic nose based on conducting polymers for the quality control of the olive oil aroma. Discrimination of quality, variety of olive and geographic origin. *Anal.Chim.Acta*, 432:283-292.