



BİTKİSEL YAĞLARDA TAĞŞIŞ BELİRLEME METOTLARI: FOURIER DÖNÜŞÜMLÜ KIZILÖTESİ (FTIR) SPEKTROSKOPİSİ

N. Cihat İÇYER^{1*}, M. Zeki DURAK²

¹Muř Alparslan Üniversitesi, Mühendislik-Mimarlık Fakültesi, Gıda Mühendislięi Bölümü, Muř, Türkiye

²Yıldız Teknik Üniversitesi, Kimya Metalürji Fakültesi, Gıda Mühendislięi Bölümü, İstanbul, Türkiye

MAKALE BİLGİSİ

Geliř tarihi: 28 Ocak 2020
Düzeltilme tarihi: 2 Şubat 2020
Kabul tarihi: 5 Mart 2020

Anahtar Kelimeler:

FTIR, bitkisel yağlar, taęşıř, zeytinyaęı, etik

ÖZET

Bazı bitkisel yağlar, biyoyararlılıęı oldukça yüksek olmasından dolayı beslenmemizde oldukça önemli yeri olan ve sıklıkla tüketilen gıda maddeleridir. Zeytinyaęı veya butik yağlar gibi ekonomik olarak kıymetli bitkisel yağlara ucuz yağların karıřtırılması suretiyle yapılan taęşıřlere günümüzde sıklıkla rastlanılmaktadır. Bu karıřım yağlar saęlık açısından riskler oluşturabileceęi gibi, haksız rekabet ortamı meydana getirmekte, yağın kalitesini düşürmekte ve tüketici haklarını ihlal etmektedir. Günümüzde taęşıř yapılan yağların tespitinde birçok teknik başarı ile uygulanmasına raęmen analiz süresinin fazlalıęı, kimyasal-sarf gereksinimi, maliyet gibi hususlar daha pratik, hızlı ve ucuz tekniklerin geliştirilmesini gerekli kılmıřtır. Bu tekniklerden birisi de Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FTIR) olarak bilinen spektroskopik yöntemdir. Son zamanlarda bu teknik ile bitkisel yağlarda yapılan taęşıřler belli dalga aralıklarında belirlenen parmak izi bölgeleri incelenerek tespit edilmektedir. Literatür çalıřmaları incelendięinde farklı bitkisel yağların farklı oranlarda karıřtırılarak farklı algoritmalar eřlięinde analiz edildięi birçok çalıřmaya rastlanılmaktadır. Bu derlemenin amacı; bitkisel yağlarda yapılan taęşıřlerin FTIR teknięi ile analizinde son zamanlarda yapılan çalıřmaların incelenmesi ve bu teknięin güvenilirlięinin güncel verilere göre deęerlendirilmesidir. Sonuç olarak FTIR teknięinin bitkisel yağlarda taęşıřlerin belirlenmesinde hızlı, pratik ve düşük maliyetli avantajlarının yanında yüksek bir ölçüm hassasiyetine sahip olduęu da anlařılmaktadır.

ABSTRACT

Vegetable oils are food items that have a very important place in our diet because of their high bioavailability. Unfortunately, adulterations made by mixing economically valuable vegetable oils with relatively cheap oils are frequently encountered today. These mixed oils can create health risks, create an unfair competition environment, reduce the quality of the oil and cause unethical situations. Although many techniques have been successfully applied in the detection of adulterated oils today, issues such as excessive analysis time, chemical-consumable requirement, and cost have made it necessary to develop more practical, fast and cheap techniques. One of these techniques is the spectroscopic method known as Fourier Transform Infra-red (FTIR). Recently, with this technique, adulterations made in vegetable oils can be detected by examining fingerprint areas determined in certain wave intervals. When the literature studies are examined, many studies are encountered in which different vegetable oils are mixed at different rates and

Keywords:

FTIR, vegetable oils, adulteration, olive oil, ethic

*Sorumlu yazar: N.Cihat İÇYER, E-mail: n.icyer@alparslan.edu.tr Doi:

analyzed with different algorithms. The aim of this review is to examine the recent studies in the analysis of adulterations made in vegetable oils with FTIR technique and to evaluate the reliability of this technique according to current data. As a result, it is understood that FTIR technique has fast, practical and low cost in the advantages in determining adulterations in vegetable oils, as well as high measurement accuracy

1. Giriř

Özellikle son 30–50 yıldan beri teknolojik gelişmelerin zirvesini yaşadığımız günümüzde gıda endüstrisinde üretim koşullarının iyileştirilmesi, işleme, optimizasyon, depolama, lojistik, enerji tasarrufu, atık yönetimi gibi birçok konuda büyük adımlar atılmıştır. Bu sürecin bir sonucu olarak gıda bileşenlerinin tanımlanması, karakterizasyonu, etkileşimleri, biyoyararlılıkları gibi konularda da bilgi seviyesi gün be gün artmaktadır. Söz konusu teknolojik gelişmeler gıdaların analiz tekniklerinin de gelişmesine, çeşitlenmesine yol açmaktadır. Günümüzde bir analiz tekniği ile belirlenen veri başka bir analiz tekniği ile doğrulanabilmekte ve daha hassas ölçümler yapılabilir. Teknolojik gelişmenin her disiplininde olduğu gibi gıda alanında da kötüye kullanımı maalesef kaçınılmaz bir durumdur. Gıda teknolojisi için teknolojik gelişmenin bir yansıması olarak örneğin şeker profili, büyük ölçüde taklit edilmiş pekmez, bal üretimi, yağ asidi profili benzeştirilmiş yağ karışımları gibi tağşişlerin temel gıda analizleri ile tespit edilmesi artık mümkün olmamaktadır. Yakın geçmişe kadar yemeklik yağların saflığı ve/veya kalitesi genellikle serbest yağ asitliği, özgül ağırlık, erime noktası, sabunlaşma sayısı, iyot sayısı, kırılma indisi vb. analizlerle genel olarak tespit edilebiliyorken, günümüzde çeşitli kromatografik, spektrofotometrik teknikler kullanılarak daha ayrıntılı bir şekilde tespit edilmeye çalışılmaktadır. Bu analiz teknikleri ise genellikle maliyetli, zaman

alıcı, birkaç aşamalı, ayrıntılı numune hazırlama gerektiren zorlu tekniklerdir. Geleneksel analiz teknikleri yerine yeni, hızlı ve hassas yöntemlerin geliştirilmesi için yoğun miktarda artan bir beklenti söz konusudur (Elzey, Pollard, & Fakayode, 2016; Gromadzka & Wardencki, 2011; Gurdeniz & Ozen, 2009; Ierna, Ardenne, Euren, Arci, & Uiz, 2005; Teresa, Koidis, Jim, & Gonz, 2017; Yadav, 2018).

Tağşiş; Türk Dil Kurumu'na göre bir şeyin içine başka bir madde karıştırma, katıştırma anlamında kullanılan bir kelimedir. Güvenli gıda kavramı için en büyük tehdit tağşiştir. Tağşiş, sağlık açısından bir zararı olmasa dahi, haksız rekabet, düşük kaliteli bir gıda maddesini yüksek kaliteli gibi göstermesi gibi aldatıcı bir rol oynamaktadır. Sağlık açısından zararlı bir tağşişin ise daha kötü sonuçları olabilmektedir. Özellikle bebekleri, küçük çocukları, yaşlıları ve hastaları olumsuz etkileyen, yetersiz beslenme döngüsü oluşturarak bütün insanlığı ve nesilleri etkileyen oldukça önemli bir etik boyutu söz konusudur (Jiménez-sotelo et al., 2016; Ozulku, Yildirim, Toker, Karasu, & Durak, 2017).

2. Bitkisel yağlar ve tağşiş

Bitkisel yağlar pişirme, kızartma, salata sosu gibi kullanımının yanında birçok gıda ürününün formülasyonunda yer almaktadır. Ayrıca, dünyada yaygın olarak kullanılan yüksek doymamış yağ içeriği ile genellikle sağlıklı beslenmenin önemli bir bileşeni olarak kabul edilirler. Beslenme açısından

da olduka nemli olan bitkisel yađların saflıkları gemiřten gnmze bir endiře kaynađıdır. Yksek fiyata sahip bitkisel yađlara olan talebin karřılanabilmesi iin dřk fiyatlı yađların karıřtırılması yoluyla tađıř yapılması nemli bir sorundur. Bu durum sađlıksız kořullarda retilen ya da tketime uygun olmayan bitkisel yađların karıřtırılması ile tketicilerin sađlıđını olumsuz ynde etkileyebilmektedir (Gromadzka & Wardencki, 2011; Yadav, 2018).

Kıymetli bitkisel yađların en yayını olan zeytinyađı, genel olarak zeytinin kırılıp, yođrulup, preslenmesi ile elde edilen ve ileri teknolojik iřlemlerden geirilmeden, dođal haliyle tketelebilen bir yađdır ve Akdeniz lkelerinde yaygın olmak kaydıyla dnyada nemli yađ kaynaklarından birisidir. Duyusal kalitesinin ve biyoyararlılıđının yksek olması nedeniyle sızma zeytinyađı genellikle daha ucuz yađlarla karıřtırılmaktadır. Zeytinyađının karıřtırılması reticiler iin haksız rekabet ve tketiciler iin ise sađlık ve ekonomik anlamında olumsuzluklar oluřturmaktadır. Natrel sızma zeytinyađının yksek fiyatı nedeniyle benzer yađ asidi ve sterol profillerine sahip yađlarla karıřtırılması olduka yaygın karřılařılan bir hiledir. Sızma zeytinyađında yapılan tađıřıřlerde yaygın olarak dřk kaliteli zeytinyađı (rafine veya prina zeytinyađı), kanola, mısır, fıstık, pamuk, ayieđi, soya fasulyesi, hařhař vb. yađlar karıřtırılmaktadır. Yksek kazancı ve tađıřıřı tespit etmedeki potansiyel zorluk, endstride tađıřıřı yaygınlařtırmıřtır (Callao & Ruisnchez, 2018; Gurdeniz & Ozen, 2009; Pan, Sun, Zhou, & Chen, 2018; Vanstone, Moore, Martos, & Neethirajan, 2018; Yadav, 2018). Benzer Őekilde lkemizde tketime olduka fazla olan ayieđi yađında da dřk kalitede, ucuz yađların karıřtırılması yoluyla tađıřıř

yapıldıđına rastlanılabilmektedir. Ayrıca daha nce kullanılmıř ve geri dnřtrlmř kızartmalık yađların ayieđi gibi diđer yađlar ile karıřtırılarak tekrar kullanılması yoluyla yapılan tađıřıřlere de sıklıkla rastlanılmaktadır. Geri dnřtrlen bu yađların tketime durumunda kandaki protein ve al-bmin seviyelerinin azalması, glikoz, kreatin ve kolesterol seviyelerinin arttıđı raporlanmıřtır. Ayrıca bu tr yađların tketime-nin hipertansiyon ve eřitli kanserojenik vakalar ile iliřkili olduđu vurgulanmaktadır (Kou, Li, Liu, Zhang, & Yu, 2018; Lim, Sokhini, Mutalib, Khaza, & Kiat, 2018; Perumalla Venkata & Subramanyam, 2016). Hindistan cevizi yađı, incir ekirdeđi yađı, nar ekirdeđi yađı, badem yađı, erek otu yađı, ceviz yađı, zm ekirdeđi yađı, kayısı ekirdeđi yađı, susam yađı gibi butik yađlar olarak ifade edilmektedir. Bu kıymetli yađlara da dřk kaliteli, ucuz yađlar karıřtırılarak tađıřıř yapılabilen ve bu karıřımlar insanlarda alerjik vakalara da neden olabilmektedir (Elzey et al., 2016; Ozulku et al., 2017).

3. FTIR spektroskopisi

FTIR spektroskopisi, organik ve inorganik bileřenlerin karakterize edilmesinde kullanılan yntemlerden birisidir ve bu spektroskopi ile tađıřıř analizleri iin ATR (Attenuated Total Reflectance) tekniđi kullanılmaktadır. Bu yntem ile elde edilen spektrumlar, orta kızıltesi blgedeki (4000 ila 400 cm^{-1}) molekler bađların titreřimlerini (dalga sayısı) ierir. Bu titreřimler ile oluřan frekanslara karřılık gelen absorpsiyon pikleri ile gıda bileřeninin parmak izi blgesi belirlenir. Her bileřenin kendine has parmak izi blgesi bulunduđundan farklı molekl bađına sahip numuneler farklı titreřim frekansları ile tespit edilebilir

(Çağlar, Demirci, Şahiner, Çakır, & Çağlar, 2019; Cirak, Icyer, & Durak, 2018; Tuba & Kuleasan Hakan, 2014). Orta kızılötesi bölgeden alınan spektrum bantları numunedeki moleküllerin kimyasal bağ yapısı ve mevcut fonksiyonel grupları ile ilişkilendirilmekte-

dir. Fonksiyonel gruplara göre bağ yapılarının parmak izi bölgeleri Tablo 1’de sıralanmıştır.

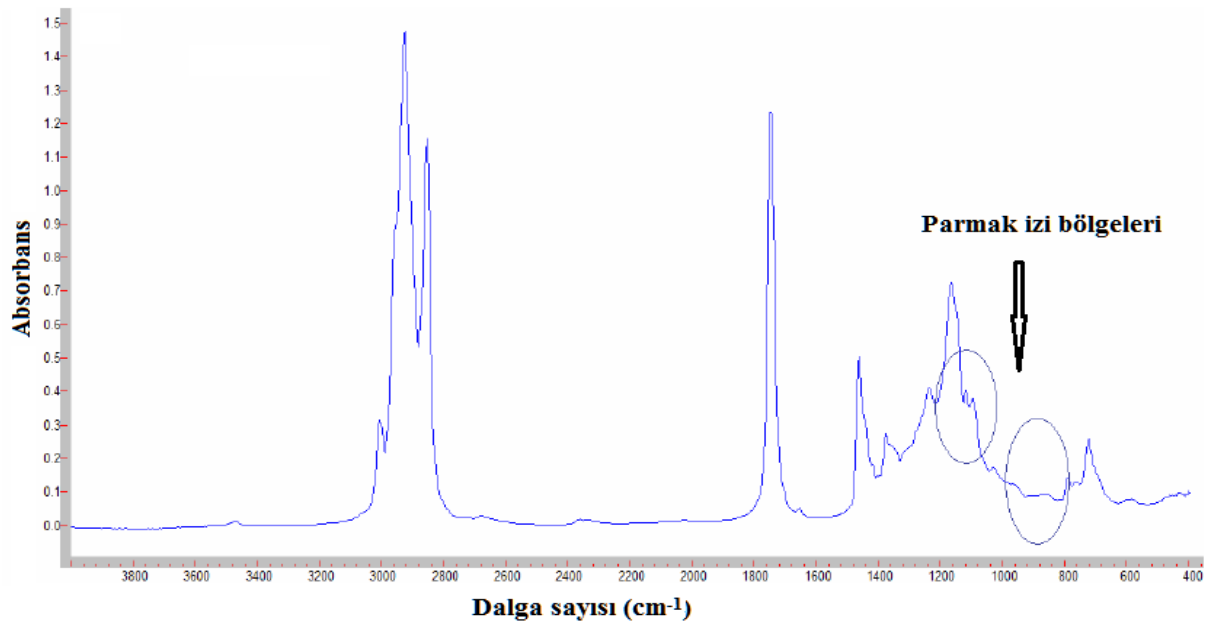
FTIR tekniği ile yağlarda yapılan tağışışlerin tespiti analizlerinde genellikle örnek yağlar belli oranlarda karıştırılarak spektrumlarındaki deęişiklikler takip edilir.

Tablo 1. Fonksiyonel gruplara göre bağ yapılarının dalga sayısı aralığı (Settle, 1998)

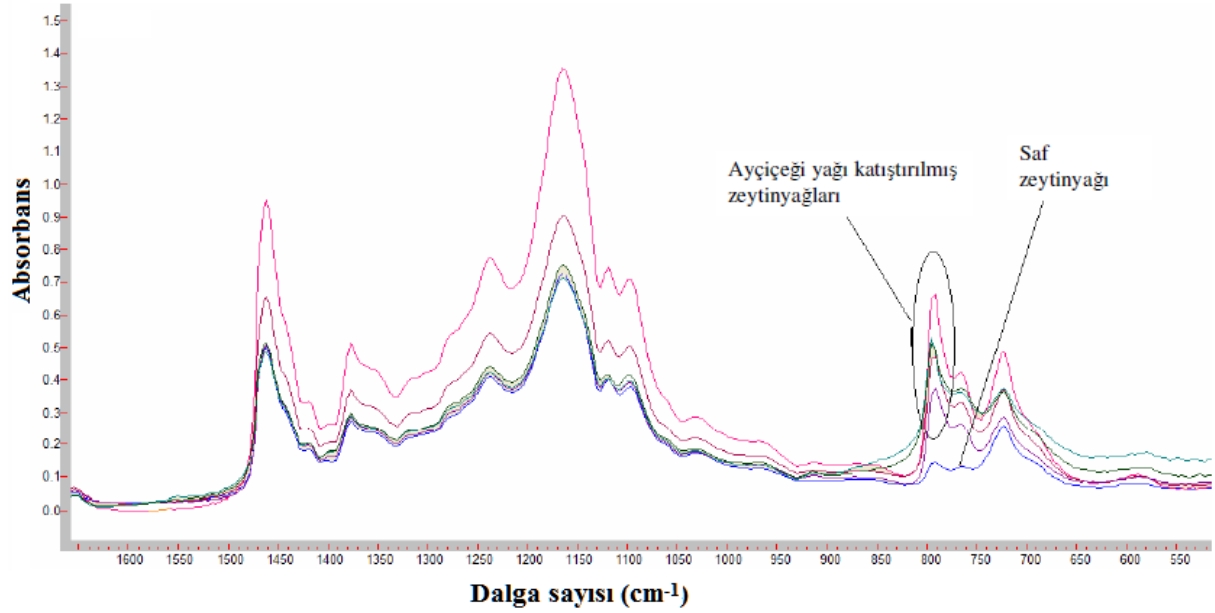
Bağ yapıları	Dalga sayısı aralığı
C–H, N–H, O–H ya da S–H	4000 – 2500 cm ⁻¹
O–H ve N–H	3700 – 2500 cm ⁻¹
C–H	3300 – 2800 cm ⁻¹
C–H aldehit formu	2900 – 2700 cm ⁻¹
C≡C, C≡N ve C=C=C	2700 – 1850 cm ⁻¹
C=C, C=N ve C=O	1950 – 1450 cm ⁻¹

Yağ içeren tohum ya da meyvenin çeşidine, türüne, maruz kaldığı işleme şartlarına, üretildiği coğrafyaya vs bağlı olarak spektrumdan takip edilen parmak izi bölgelerindeki farklılıklar dikkate alınarak sınıflandırma yapılır. Genellikle Temel Bileşen Analizi

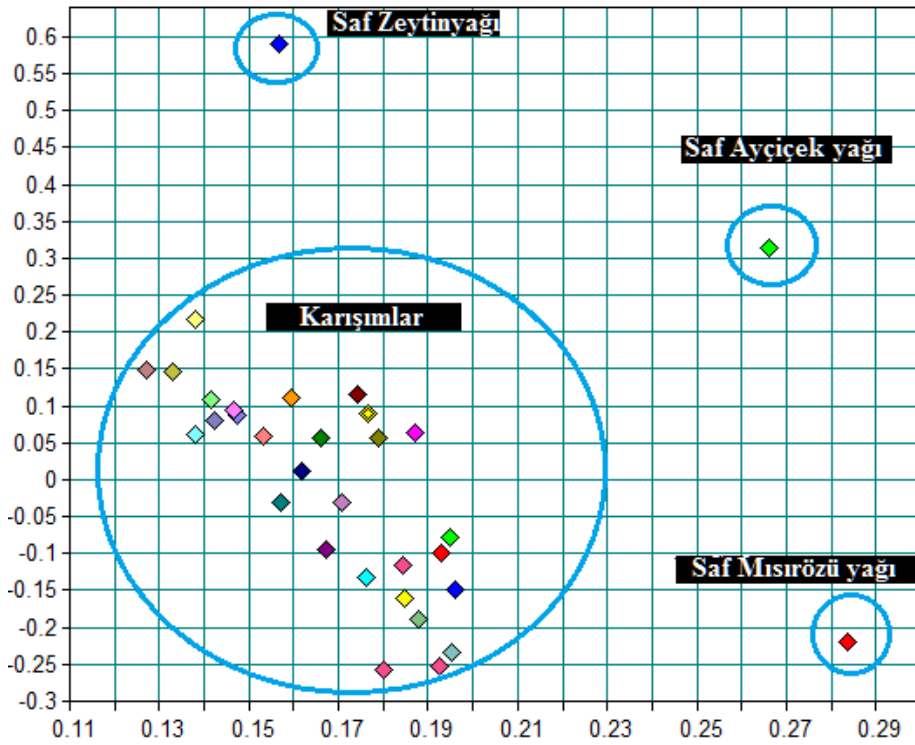
olarak bilinen (PCA- Principal component analysis) analizi gerçekleştirilir ve parmak izi bölgesinde kontrol yağ örneğine göre spektrumundaki farklılıklar dikkate alınarak yağda yapılan tağışış oranı sınıflandırılarak belirlenebilir (Şekil 1, 2, 3).



Şekil 1. Saf zeytinyağına ait örnek bir FTIR spektrumu ve parmak izi bölgesi (Taş, 2008)



řekil 2. Saf zeytinyađına belli oranlarda karıştırılmıř Ayçiçek yađına ait örnek bir FTIR spektrumu ve parmak izi bölgesi (Tař, 2008)



řekil 3. Saf zeytinyađına belli oranlarda karıştırılmıř saf Ayçiçek ve saf Mısırozü yađlarına ait PCA analizi

4. Yađlardaki Tađıřıřın Tespiti iin Kullanılan Yöntemler

Bitkisel yađlarda tađıřıřın belirlenmesinde ađırlıklı olarak HPLC (yksek performanslı

sıvı kromatografisi), GC–MS (gaz kromatografisi–ktle spektrometrisi), ICP–OES (endktif olarak eřleřmiř plazma optik

emiyon spektroskopisi) metotları kullanılarak analizler gerekleřtirilmektedir. Bu analiz tekniklerinin yanında Lazer kaynaklı floresan, Raman spektroskopisi, FTIR spektroskopisi, IMS (iyon hareketlilik spektrometresi) gibi analiz metotları da uygulanmaktadır. Bu teknikler arasında HPLC, ICP–OES ve Raman teknikleri yaę taęřiři durumunda yaęların sınıflandırılması iřlemleri için en etkili tekniklerdir. Söz konusu tüm teknikler numune hazırlama süreci, maliyet ve zaman gerektiren zahmetli analiz teknikleri olarak görölmektedir. Raman teknięi numune hazırlama süreci ve analiz süresi bakımından FTIR teknięi ile benzerlik gösterse de özellikle maliyet bakımından FTIR teknięinden ayrılmaktadır. FTIR teknięi veri tabanının Raman'a göre daha kapsamlı olması da kullanımını yaygınlařtırmaktadır. Ayrıca, C–O ve O–H baęlarının varlıęı FTIR spektrumunda güçlü emilim gösterirken, C=C baęlarının varlıęı Raman spektrumunda daha güçlü Raman saçılımına sahiptir. Bu nedenle, FTIR ve Raman spektroskopisinin birlikte kullanımı ile numune hakkında detaylı bilgi sahibi olunabilir. FTIR spektroskopisinin en önemli dezavantajı suyun kızılötesi dalga boyunda başta protein amid I bantları olmak üzere bazı bantları maskeleymesi ve piklerin akışmasıdır (Filoda, Fetter, Fornasier, Cassia, & Schneider, 2018; Ierna et al., 2005; Ozulku et al., 2017; Xu, Hassan, Kutsanedzie, Li, & Chen, 2018; Yadav, 2018; H. Yang, Irudayaraj, & Paradkar, 2005).

5. Güncel Literatür alıřmaları

Xu et al. (2018) yaptıkları alıřmada sızma zeytinyaęına belli oranlarda karıştırlan fıstık ve kanola yaęı FTIR spektrometresi ile analiz edilmiř ve özellikle ikinci türev spektrumlardaki parmak izi bölgelerinde

belirgin ayrımlar görmüşlerdir. Yaę karışımlarının tespitinde uygulanan HPLC, GC/MS ve ICP–OES gibi geleneksel tekniklerin FTIR spektrometresi ile karşılařtırıldıęı verilerin de paylařıldıęı alıřmada söz konusu geleneksel tekniklerin yaę taęřiřinin tespitinde oldukça etkili olmalarına rağmen zaman alıcı ve maliyetli oldukları vurgulanmıştır. FTIR spektroskopi teknięinin, kemometrik algoritmalarla birleřtirildięinde karışımların saptanması için güçlü bir yöntem olarak kullanılabileceęini raporlamışlardır. FTIR spektroskopi teknięi, kullanılan algoritmaların çeřitlenmesi ve bu algoritmaların geliřtirilmesi ile yaęlarda yapılan taęřiřlerin tespitinde yüksek potansiyele sahiptir (Xu et al., 2018).

Pan et al. (2018) yaptıęı alıřmada soya, ayiek, fıstık, mısır, kanola yaęları %5–45 aralıęında zeytinyaęına karıştırlımıř ve elde tařınabilen FTIR spektrometresi kullanılarak sınıflandırma iřlemi gerekleřtirilmiştir. Farklı parmak izi bölgelerinde gerekleřtirilen analiz sonucunda portatif FTIR spektrometresinin hassasiyetinin açık ve dalgalanan atmosferik ortamlar gibi çeřitli faktörlerden dolayı sınırlı kaldıęı belirtilmiştir. Bitkisel yaę numunelerinin bu teknik ile herhangi bir ön iřlem yapılmadan doğrudan ölçölüyor olması zeytinyaęı ile karışan bitkisel yaęların soęurma sinyallerinin örtüşmesini kaçınılmaz kıldıęı vurgulanmıştır. alıřma sonucunda % 5–10 oranındaki karışımların FTIR spektrometresi ile sınıflandırılabildeęi belirtilmiştir (Pan et al., 2018).

Filoda et al. (2018) yaptıęı alıřmada soya, ayiek, mısır, kanola yaęları % 1–80 aralıęındaki oranlarda zeytinyaęı ile karıştırlımıř ve 18:1, 18:2, 18:3 yaę asitleri geleneksel GS–MS ile analiz edilerek FTIR spektrometresi ile karşılařtırılmıştır. Yaęların yaę asidi profilinin kalibrasyon modelleri oluřturarak GC–MS ile yapılan analizler ile

FTIR spektrometresi ile elde edilen sınıflandırma sonucu elde edilen data arasında anlamlı bir farkın olmadığı raporlanmıştır. FTIR tekniğinin yüksek bir tekrarlanabilirliğe sahip olması ile zeytinyağının saflığının değerlendirmesi için solvent kullanmadan, zaman ve tasarruf açısından oldukça uygun bir alternatif sunduğu belirtilmiştir (Filoda et al., 2018).

Lim et al. (2018) FTIR tekniği ile palm olein yağına geri dönüřtürülmüş kızartma yağı karıştırılması durumunun tespiti üzerine çalışmışlardır. Geri dönüřtürülmüş kızartma yağları ile palm olein yağı % 1–50 oranlarında karıştırılmış ve yağ asidi profili analizi ile birlikte FTIR analizi yapılmıştır. Çalışma sonucunda raporlanmıştır ki, FTIR spektral analizi için, palm olein yağı ve geri dönüřtürülmüş kızartma yağı arasındaki spektral bölgelerde belirgin farklılıklar ve karakteristik bantlarda anormallikler gözlenmiştir. Palm olein yağından geri dönüřtürülmüş kızartma yağının sınıflandırılmasında kombine tekniklerin prensiplerinin iyileştirilmesi gerektiği vurgulanmıştır (Lim et al., 2018).

Arslan et al. (2019) ayçiçeđi, fındık, soya, üzüm yağları % 0–50 aralığındaki oranlarda siyah kimyon yağı ile karıştırılmış ve FTIR spektrometresi ve eşzamanlı floresan spektrometresi ile analizler gerçekleştirilmiştir. Çeşitli kemometrik modellerin kullanıldığı çalışmada iki yöntemin karşılaştırılmış ve floresan spektrometresinin FTIR spektrometresine göre yağ karışımlarının ayrıştırılmasında daha etkili olduğu raporlanmıştır (Arslan et al., 2019).

Rodriguez et al. (2019) yaptığı çalışmada chia ve susam yağlarına mısır, fıstık, soya, ayçiçek yağları arasında % 1–2–5–10 oranlarında karışımlar oluşturulmuş ve FTIR ile sınıflandırma analizi yapılmıştır. Farklı ke-

metrik modellerin karşılaştırıldığı çalışmada % 1 ile % 5 arasında kabul edilebilir düzeyde tahmin hataları olan chia, susam ve diğer bitkisel yağlarla olan karışım oranlarının saptanmasında başarılı olduğu vurgulanmıştır (Rodríguez, Gagneten, Farroni, Percibaldi, & Buera, 2019).

Kou et al. (2018) yaptıkları bir çalışmada 31 adet bitkisel yağ kullanılmış kızartma yağı karıştırılmasının tespitine yönelik FTIR spektrometresi ile analiz yapılmıştır. % 1.5 oranına kadar kullanılmış kızartma yağı ilavesinin tespit edilen parmak izi bölgesinde tespit edilebildiđi raporlanmıştır. FTIR tekniğinin kemometrik analizle birleřtiğinde yemeklik yağ karışımını tespit etmek için yararlı bir yöntem olduğu vurgulanmıştır (Kou et al., 2018).

Arslan et al. (2018) yaptıkları bir çalışmada saf soğuk pres buğday yağının ayçiçeđi ve soya yağı ile % 5–50 oranlarında karıştırılarak toplam 36 numunenin FTIR spektrometresi ile analizi yapılmıştır. Farklı kemometrik modellerin kullanıldığı çalışmada %1'in altındaki yağ karışımlarının FTIR spektrometresi ile belirlenebildiđi ve bu tekniğin kimyasal ve zaman alıcı tekniklerin dezavantajlarının çoğunun üstesinden geldiđi belirtilmiştir (Arslan & Ça, 2018).

Jimenes–Sotelo et al. (2016) tüketimi durumunda nutrasötik (fizyolojik faydaları olan) etkileri olan ve kozmetik sektöründe de kullanılan avokado yağına maliyeti azaltmak amacıyla belli oranlarda karıştırılan soya fasulyesi yağı ve ayçiçek yağının kemometrik olarak tespiti için FTIR spektroskopisi kullanmışlardır. Avokado yağına % 2–50 aralığında belli oranlarda karıştırılan bu iki yağ, FTIR spektroskopisi ile analiz edilmiş ve avokado yağının kalitatif ve kantitatif analizi için doğru ve güvenilir bir teknik olabileceđini göstermişlerdir (Jiménez-sotelo et al., 2016).

Neem yađı, Hint alt kıtasına endemik olan ve tropik blgelerde yetişen neem meyvelerinden elde edilen ve Hindistan blgesinde ila ve kozmetik sektrnde kullanılan neem yađı (*Azadirachta indica*) kıymetli bir bitkisel yađıdır. Keten tohumu yađı ise keten bitkisinin tohumlarından (*Linum usitatissimum*) elde edilir ve yksek konsantrasyonda omega-3 ve omega-6 yađ asitleri ierir. Keten tohumu yađı, yksek kolesterol, kalp hastalıđı ve kabızlık gibi eřitli rahatsızlıkların tedavisinde de kullanılmaktadır. Brianda ve ark. yaptıđı alıřmada neem yađı ve keten yađına bitkisel yađlar ve sızma zeytin yađını % 1-90 aralıđında aralıđında ayrı ayrı karıřtırmıřtır ve FTIR spektroskopisi ve ok deđiřkenli PLS regresyon analizi ile iki dođal yađın (neem yađı ve keten tohumu yađı) % bileřiminin hızlı ve dođru bir řekilde belirlenmesini sađlamıřtır. Yapılan alıřmada FTIR spektroskopisinin hızlı, dřk maliyetli ve dođru bir analitik yntem olduđu vurgulanmıřtır (Elzey et al., 2016).

Teresa et al. (2017) farklı blgelerden temin edilmiř ve farklı zelliklere sahip 67 zeytin yađı numunesi ile soya, ayiek, kanola, mısır yađlarından oluřan 79 numune karıřımlarını FTIR, Raman analizleri ncesi transesterifikasyon iřlemine maruz bırakarak analiz etmiřtir. Spektroskopik analiz ncesi bu transesterifikasyon iřlemi ile dřk seicilik sorununun zldđ belirtilen alıřmada zeytinyađının bařarılı bir řekilde sınıflandırılmıřtır. Genel olarak FTIR'dan elde edilen parmak izi blgesi, hem sınıflandırma hem de regresyon alıřmalarında Raman ynteminden daha etkili olduđu raporlanmıřtır (Teresa et al., 2017).

zlk et al. (2017) yaptıđı alıřmada biyoaktif zellikleri olduka yksek olan susam yađına % 1-50 aralıđında fındık, kanola ve

Ayiek yađları ilave edilerek FTIR spektrofotometresi ile bitkisel yađ numunelerin ayrıřtırma, sınıflandırma alıřması yapılmıřtır. alıřmanın sonularına gre, ATR-FTIR tekniđinin, susam yađının tahribatsız, hızlı ve etkili bir alternatif yntem olarak kullanılması potansiyeli olduđu sonucuna varılmıřtır. Parmak izi blgesinin dođru belirlenmesinin yađda yapılan tađřıřlerin belirlenmesinde olduka nemli olduđu vurgulanmıřtır (Ozulku et al., 2017).

Lankmayr et al. (2004) yaptıkları bir alıřmada kabak ekirdeđi yađı rnekleri eksperler tarafından duyuşal olarak sınıflandırılmıř ve bu rneklerin FTIR spektrumlarına bakılmıřtır. alıřma sonucunda duyuşal sınıflandırma ile kemometrik sınıflandırmanın % 100 uyuruđu bildirilmiřtir (Lankmayr et al., 2004).

5.1. Bitkisel Yađlarda FTIR ile Yapılan Analizlerin Avantaj ve Dezavantajları

Bitkisel yađlarda yapılan tađřıřlerin tespit edilmesinde birok teknik uygulanmaktadır. Bu tekniklerin farklı algoritmalar ile kullanımı durumunda lm hassasiyetinde farklılıklar grlebilmektedir. HPLC metodu bitkisel yađlardaki tađřıřın tespitinde %100 sınıflandırma oranı ile en hassas sonuları verirken GC-MS, ICP-MS, Raman, Lazer kaynaklı floresan ve FTIR metotları %90-97 aralıđında sınıflandırma oranı ile birbirine yakın lm hassasiyetinde sonular vermektedirler (Garrido-Delgado, Eugenia Muńoz-Prez, & Arce, 2018; Georgouli, Martinez Del Rincon, & Koidis, 2017; Mu et al., 2016; Vasconcelos, Coelho, Barros, & de Almeida, 2015; Xu et al., 2018; Y. Yang, Ferro, Cavaco, & Liang, 2013). Bu yntemlerin birbirlerine gre eřitli stnlkleri olmasına rađmen analiz sresi, sarf-kimyasal gereksinimi, maliyet,

hassasiyet, tekrarlanabilirlik, pratiklik, ön hazırlık gibi faktörler dikkate alındığında FTIR tekniđi öne çıkmaktadır. FTIR spektroskopisinin dezavantajı olarak su ile protein amid I bantlarının spektrumlarının çakışması durumu söylenebilir (Kılıç & Karahan, 2010).

6. Sonuç

FTIR analiz metodunun pratikliđi, analiz süresinin kısalıđı, maliyetinin düşük olması, numunede ön hazırlık gerektirmemesi gibi avantajları dikkate alındığında bitkisel yağlarda tađışışlerin tespitinde etkili tekniklerden birisi olduđu anlaşılmaktadır. Gelişen teknoloji ile birlikte kemometrik analiz metodlarının da iyileştirilmesi, kullanılan algoritmaların çeşitlendirilmesi bitkisel yağlarda tađışışlerin daha hassas tespitinde önemli rol oynayacađı düşünülmektedir. Kemometrik analizlerde kullanılan sensör teknolojisinin geliştirilmesi, ölçüm hassasiyetini arttıran (gürültüyü azaltan) cihaz tasarımları, elde edilen verilerin değerlendirilmesini kolaylaştıracak yazılımlar ve en önemlisi bu verileri değerlendirecek kalifiye elemanların çođalması gıdalarda tađışış ile mücadelenin geleceđinde oldukça önemlidir. 5996 sayılı "Veteriner Hizmetleri, Bitki Sađlıđı, Gıda ve Yem Kanunu" ve bu Kanun kapsamında hazırlanan, "Gıda ve Yemin Resmi Kontrollerine Dair Yönetmelik" geređince tađışış yapıldıđı kesinleşen gıdaları üreten firmalar Tarım ve Orman Bakanlığı tarafından ifşa edilmektedir. Gıdalarda tađışışın önüne geçebilmek için üretilen tüm bu verilerin depolanıp işlendiđi, paylaşıldıđı bir kütüphane oluşturulması da tađışış ile mücadelenin geleceđine katkı sağlayacaktır.

7. Kaynaklar

Arslan, F. N., Akin, G., Karuk Elmas, ř. N., Yılmaz, I., Janssen, H. G., & Kenar, A. (2019). Rapid detection of authenticity and adulteration of cold pressed black cumin seed oil: A comparative study of ATR–FTIR spectroscopy and synchronous fluorescence with multivariate data analysis. *Food Control*, 98(December 2018), 323–332. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2018.11.055>

Arslan, F. N., & Ça, F. (2018). Attenuated Total Reflectance – Fourier Transform Infrared (ATR – FTIR) Spectroscopy Combined with Chemometrics for Rapid Determination of Cold-Pressed Wheat Germ Oil Adulteration. *Food Analytical Methods*, 12, 355–370. <https://doi.org/https://doi.org/10.1007/s12161-018-1368-x> Attenuated

Çađlar, M. Y., Demirci, M., řahiner, A., Çakır, B., & Çađlar, A. F. (2019). Gıda Analizlerinde Kullanılan Spektroskopik Teknikler. *Akademik Gıda*, (March), 121–130. <https://doi.org/10.24323/akademik-gida.544975>

Callao, M. P., & Ruisánchez, I. (2018). An overview of multivariate qualitative methods for food fraud detection. *Food Control*, 86, 283–293. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2017.11.034>

Cirak, O., Icyer, N. C., & Durak, M. Z. (2018). Rapid detection of adulteration of milks from different species using Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR). *The Journal of Dairy Research*, 85(2), 222–225.

<https://doi.org/10.1017/S0022029918000201>

Elzey, B., Pollard, D., & Fakayode, S. O. (2016). Determination of adulterated neem and fl axseed oil compositions by FTIR

spectroscopy and multivariate regression analysis. *Food Control*, 68, 303–309. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2016.04.008>

Kılıç, G.B., & Karahan, A.G. (2010). Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FTIR) Spektroskopisi ve Laktik Asit Bakterilerinin Tanısında Kullanılması. *Gıda*, 35(6), 445–452.

Filoda, P. F., Fetter, L. F., Fornasier, F., Cassia, R. De, & Schneider, D. S. (2018). Fast Methodology for Identification of Olive Oil Adulterated with a Mix of Different Vegetable Oils. *Food Analytical Methods*, 12, 293–304. <https://doi.org/https://doi.org/10.1007/s12161-018-1360-5> Fast

Garrido-Delgado, R., Eugenia Muñoz-Pérez, M., & Arce, L. (2018). Detection of adulteration in extra virgin olive oils by using UV-IMS and chemometric analysis. *Food Control*, 85, 292–299. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2017.10.012>

Georgouli, K., Martinez Del Rincon, J., & Koidis, A. (2017). Continuous statistical modelling for rapid detection of adulteration of extra virgin olive oil using mid infrared and Raman spectroscopic data. *Food Chemistry*, 217, 735–742. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.09.011>

Gromadzka, J., & Wardencki, W. (2011). Trends in Edible Vegetable Oils Analysis. Part B. Application of Different Analytical Techniques. *Pol. J. Food Nutr. Sci.*, 61(2), 89–99. <https://doi.org/10.2478/v10222-011-0009-5>

Gurdeniz, G., & Ozen, B. (2009). Detection of adulteration of extra-virgin olive oil by chemometric analysis of mid-infrared spectral data. *Food Chemistry*, 116(2), 519–525. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2009.02.068>

Ierna, Ä. N. P., Ardenne, P. I. D., Euren, M. A. R. C. M., Arci, D. I. L. G., & Uiz, Ä.

N. A. P. (2005). Detection of the Presence of Hazelnut Oil in Olive Oil by FT-Raman and FT-MIR Spectroscopy. *J. Agric. Food Chem.*, 53, 6201–6206. <https://doi.org/10.1021/jf050595n>

Jiménez-sotelo, P., Hernández-martínez, M., Osorio-revilla, G., Meza-márquez, O. G., García-ochoa, F., & Gallardo-, T. (2016). Food Additives & Contaminants : Part A Use of ATR-FTIR spectroscopy coupled with chemometrics for the authentication of avocado oil in ternary mixtures with sunflower and soybean oils. *Food Additives & Contaminants: Part A*, 33(7), 1105–1115. <https://doi.org/10.1080/19440049.2016.1203073>

Kou, Y., Li, Q., Liu, X., Zhang, R., & Yu, X. (2018). Efficient Detection of Edible Oils Adulterated with Used Frying Oils through PE-film-based FTIR Spectroscopy Combined with DA and PLS. *Journal of Oleo Science*, 2018, 1–7. <https://doi.org/10.5650/jos.ess18029>

Lankmayr, E., Mocak, J., Serdt, K., Balla, B., Wenzl, T., Bandoniene, D., ... Wagner, S. (2004). Chemometrical classification of pumpkin seed oils using UV-Vis, NIR and FTIR spectra. *Journal of Biochemical and Biophysical Methods*, 61(1-2 SPEC. ISS.), 95–106. <https://doi.org/10.1016/j.jbbm.2004.04.007>

Lim, S. Y., Sokhini, M., Mutalib, A., Khaza, H., & Kiat, S. (2018). Detection of fresh palm oil adulteration with recycled cooking oil using fatty acid composition and FTIR spectral analysis. *International Journal of Food Properties*, 21(1), 2428–2451. <https://doi.org/10.1080/10942912.2018.1522332>

Mu, T., Chen, S., Zhang, Y., Chen, H., Guo, P., & Meng, F. (2016). Classification of Motor Oil Using Laser-Induced Fluorescence and Phosphorescence. *Analytical Letters*, 49(8), 1233–1239. <https://doi.org/10.1080/00032719.2015.1086777>

Ozulku, G., Yildirim, R. M., Toker, O. S., Karasu, S., & Durak, M. Z. (2017). Rapid detection of adulteration of cold pressed sesame oil adulterated with hazelnut , canola , and sun fl ower oils using ATR-FTIR spectroscopy combined with chemometric. *Food Control*, 82, 212–216. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2017.06.034>

Pan, M., Sun, S., Zhou, Q., & Chen, J. (2018). A Simple and Portable Screening Method for Adulterated Olive Oils Using the Hand-Held FTIR Spectrometer and Chemometrics Tools. *Food Chemistry*, 0, 1–8. <https://doi.org/10.1111/1750-3841.14190>

Perumalla Venkata, R., & Subramanyam, R. (2016). Evaluation of the deleterious health effects of consumption of repeatedly heated vegetable oil. *Toxicology Reports*, 3, 636–643. <https://doi.org/10.1016/j.toxrep.2016.08.003>

Rodríguez, S. D., Gagnetten, M., Farroni, A. E., Percibaldi, N. M., & Buera, M. P. (2019). FT-IR and untargeted chemometric analysis for adulterant detection in chia and sesame oils. *Food Control*, 105(March), 78–85. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2019.05.025>

Settle, F. A. (1998). Handbook of instrumental techniques for analytical chemistry. In *IEEE Electrical Insulation Magazine* (Vol. 14). <https://doi.org/10.1109/MEI.1998.730821>

Taş, T. (2008). *Katışıklı Zeytinyağlarında Karıştırılan Yağ Cinsi ve Oranının FTIR Spektroskopisi ve Kemometrik Yöntemle Belirlenmesi*. Adnan Menderes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı.

Teresa, M., Koidis, A., Jim, A. M., & Gonz, A. (2017). LWT - Food Science and Technology Chemometric classification and quantification of olive oil in blends with any edible vegetable oils using FTIR-ATR and Raman spectroscopy. *LWT*, 86,

174–184.

<https://doi.org/10.1016/j.lwt.2017.07.050>

Tuba, B., & Kuleasan Hakan. (2014). Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (Ftr) Spektroskopisi ve Gıda Analizlerinde Kullanımı. *GIDA*, 39, 235–241. <https://doi.org/10.5505/gida.43434>

Vanstone, N., Moore, A., Martos, P., & Neethirajan, S. (2018). Detection of the adulteration of extra virgin olive oil by near-infrared spectroscopy and chemometric techniques. *Food Quality and Safety*, 2 (November), 189–198. <https://doi.org/10.1093/fqsafe/fyy018>

Vasconcelos, M., Coelho, L., Barros, A., & de Almeida, J. M. M. M. (2015). Study of adulteration of extra virgin olive oil with peanut oil using FTIR spectroscopy and chemometrics. *Cogent Food & Agriculture*, 1(1) <https://doi.org/10.1080/23311932.2015.1018695>

Xu, Y., Hassan, M. M., Kutsanedzie, F. Y. H., Li, H. H., & Chen, Q. S. (2018). Evaluation of extra-virgin olive oil adulteration using FTIR Spectroscopy combined. *Quality Assurance and Safety of Crops & Foods*, 10(4), 1–11. <https://doi.org/10.3920/QAS2018.1330>

Yadav, S. (2018). Edible oil adulterations : Current issues , detection techniques , and health hazards. *International Journal of Chemical Studies*, 6(2), 1393–1397. <https://doi.org/10.13140/RG.2.2.27614.74564>

Yang, H., Irudayaraj, J., & Paradkar, M. M. (2005). Food Chemistry Discriminant analysis of edible oils and fats by. *Food Chemistry*, 93, 25–32. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2004.08.039>

Yang, Y., Ferro, M. D., Cavaco, I., & Liang, Y. (2013). Detection and identification of extra virgin olive oil adulteration by GC-MS combined with chemometrics. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 61(15), 3693–3702.

<https://doi.org/10.1021/jf4000538>