

## Akdeniz Bölgesinde Satışı Yapılan Bazı Reçellerin Hidroksimetil Furfural Miktarlarının HPLC ile Belirlenmesi ve Değerlendirilmesi

Fatma HEPSAĞ<sup>1</sup>, İbrahim HAYOĞLU<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Gıda Teknolojisi Programı, Kadirli Uygulamalı Bilimler Yüksek Okulu, Korkut Ata Üniversitesi, Osmaniye, [fatmahepsag@osmaniye.edu.tr](mailto:fatmahepsag@osmaniye.edu.tr)

<sup>2</sup>Gıda Mühendisliği Bölümü, Ziraat Fakültesi, Harran Üniversitesi, Şanlıurfa, [ihayoglu@harran.edu.tr](mailto:ihayoglu@harran.edu.tr)

Geliş Tarihi/Received:

23.10.2017

Kabul Tarihi/Accepted:

14.12.2017

Yayın Tarihi/Published:

27.12.2017

### ÖZ

Bu araştırmada amaç, Akdeniz bölgesinde 5 farklı ilde farklı marketlerde satışa sunulan toplam 75 çilek, ahududu, gül, kayısı ve vişne reçelleri örneklerinin bazı fiziksel özellikleri ile HMF (hidroksimetil furfural) değerlerinin HPLC (yüksek performanslı sıvı kromatografisi) ile belirlenerek 30 Aralık 2006'da resmi gazetede yayınlanan Türk Gıda Kodeksi Reçel, Jöle, Marmelat ve Tatlandırılmış Kestane Püresi Tebliği'ne üretici firmaların dikkatini çekmektir. Çalışmada firmalar tarafından 60 tanesi geleneksel reçel, 15 tanesi de reçel olarak satışa sunulmuş olan toplam 75 adet reçel örneği kullanılmıştır. Elde edilen bulgular ışığında, reçel örneklerinin bir kısmının bazı özellikler bakımından "Reçel, jöle, marmelat ve tatlandırılmış kestane püresi tebliği"ne uygun olduğu görülürken; bir kısmının da uygun olmadığı belirlenmiş olup bu konudaki denetimlerin sıklaştırılmasının ürün kalitesi açısından faydalı olacağı kanaatine varılmıştır.

**Anahtar Kelimeler:** Hidroksimetil furfural, Kodeks, Reçel, pH.

## A Research to Determine Hydroxymethyl Furfural and Coherence with Turkish Food Codex of Some Commercial Jams Sold on the Retail Market of Mediterranean Region

### ABSTRACT

This research was designed to investigate the quality and the chemical characteristics of some mostly consumed varieties of jams such as; strawberry, raspberry, rose, apricot and cherry jams. All analyzes were held to determine the coherence with the Turkish Food Codex and caused an awareness of producer firms to regulation and legislations indicated above. Research samples were obtained from different retail markets in Mediterranean region. 75 different jam samples were collected, 60 of this were labeled as traditional jam and the remaining amount of 15 were labeled as jam. The results indicated that, some jam samples showed accordance with the regulation of concern. However, some jam samples did not show any coherence to some parameters of concern in the regulation. So, to intensify of the inspection will be useful in terms of the product quality.

**Keywords:** Hydroxymethyl Furfural, Codex, Jam, pH.

## 1. GİRİŞ

Gıda talebinin artan nüfusa göre oldukça yüksek olduğu günümüzde gıdanın muhafaza edilmesi ve daha uzun süre bozulmadan insan beslenmesinde kullanılması önem arz etmektedir. Meyve ve sebzeler, çeşitli yöntemlerle işlenerek daha dayanıklı hale getirilirler. Böylece istenildiği zaman ve istenildiği yerde tüketime hazır olurlar. Bu amaçla uygulanan yöntemlerden biri de meyve ve sebzelerin şeker ilavesiyle dayandırılması yani reçel ve benzeri ürünlere (marmelat ve jöle) işlenmesidir. Reçele işlemede ilke, su aktivitesini mikroorganizmaların faaliyet gösteremeyeceği düzeye indirmektir (Anonymous, 2007). Günümüzde çoğunlukla büyük fabrikalarda modern teknoloji kullanılarak endüstriyel düzeyde reçel üretilmesine karşın, hala küçük işletmelerde yetersiz ekipmanla ve geleneksel yöntemlerle reçel üretimi sürdürülmektedir. Bu da piyasada çok kaliteli ürünler yanında kalitesiz veya düşük kaliteli ürünlerin bulunmasına yol açmaktadır. Bu tür üretimde sadece meyve değil, bazen uygun bir sebze ve bazen de uygun bir çiçek gibi çeşitli bitkisel dokular kullanılmaktadır. Bu kadar farklı ham madde kullanılması ve üretimde çok çeşitli yöntemlerin uygulanması reçelde büyük bir çeşit zenginliğine yol açmaktadır.

Reçel, en az % 68 çözünür kuru madde içermesi ve bunun çoğunun şeker olması nedeniyle önemli bir karbonhidrat ve enerji kaynağıdır. 100 g. Reçel yaklaşık olarak 270-280 kalori verir. Bu da normal bir insanın günlük enerji ihtiyacının onda birini teşkil eder. Reçel bünyesinde şeker dışında organik asitler, B ve C vitaminleri, aroma maddeleri ve demir, fosfor, kalsiyum, potasyum başta olmak üzere bir çok mineral madde bulundurur (Cemeroğlu ve Acar, 1986).

Maillard reaksiyonuna bağlı olarak oluşan en önemli bileşiklerden biri HMF 'dir. Uygun koşullar altında yapılan ısıtma işlemiyle, gıdalar istenen duyuşal ve besleyici özellikleri kazanmakla birlikte, ısıtma işlemin gereğinden uzun veya yüksek sıcaklıklarda yapılması, bir yandan HMF oluşumunu hızlandırırken, diğer yandan da gıdanın bileşimini olumsuz yönde etkilemekte ve besin değerini düşürmektedir (Rada-Mendoza vd., 2002).

HMF, çeşitli gıdaların üretimi veya depolanması sırasında ortaya çıkan ve kalite bozulmasının ölçülmesinde yaygın olarak kullanılan indikatörlerden biridir (Aksar, 1984). Isıl işlem uygulanan meyve suyu, reçel, marmelat, jöle, domates salçası gibi birçok meyve ve sebze bazlı gıda maddelerindeki HMF miktarının belli bir düzeyin üzerinde bulunması halinde renk esmerleşmesine, ürünün tat ve kokusunda önemli bozulmalara, besleyici değerinde azalmalara neden olmakta ve dolayısıyla ürünün pazarlanabilme olanakları kısmen veya tamamen ortadan kalkmaktadır. Bu nedenle gıda maddelerinde bulunmasına izin verilen HMF miktarları sınırlandırılmıştır (Telatar, 1985a). Örneğin, ülkemizde önceki meyve suyu standartlarında HMF miktarı için konulan limit en çok 5 mg/L, meyve suyu konsantresinde 25 mg/L (Anonymous, 1981) iken, birinci sınıf reçel için limit 50 mg/kg ve ikinci sınıf reçel için limit 100 mg/kg'dır . Ancak son dönemde yürürlüğe giren ve yukarıdaki standartları uygulamadan kaldıran Türk Gıda Kodeksi'nin reçel ve meyve suyu tebliğinde HMF parametre olarak belirtilmemiştir (Anonymous, 1987).

HMF miktarı, ürünün kalitesini etkileyen önemli bir etken olmasının yanında, uygulanan prosesin yeterliliği hakkında da bilgi vermektedir. Örneğin, oluşan HMF, uygulanan ısıtma işlemlerin yeterli olup olmadığı veya aşırı ısı uygulamasının yapıp yapılmadığı konusunda da fikir vermektedir. Depolama sırasında da ürünlerin kalitesinin azalmasına neden olan önemli değişimler olmaktadır. Özellikle depolama sıcaklığı bu değişimleri önemli ölçüde arttıran bir faktördür. Depolama sıcaklığı arttıkça söz konusu değişikliklere neden olan kimyasal olayların hızı da artmaktadır. Depolama sırasında kalitenin bozulmasına neden olan en önemli kimyasal reaksiyon Maillard reaksiyonudur. Bu reaksiyon sırasında oluşan HMF miktarından yararlanarak bu değişikliklerin izlenmesi olanağı bulunabilmektedir (Telatar,

1985b). Ticari reçellerin üretiminde, HMF konsantrasyonunun proses koşullarına göre değişiklikler gösterdiği bildirilmiştir. Reçellerin üretimi sırasında aşırı ısı işlem uygulanabilmekte ayrıca bu ürünler genellikle uzun süre depolanmaktadır (Aksar, 1984). Bu nedenle bu gibi ürünlerde HMF önemli kalite kriteri olarak ortaya çıkmaktadır.

Teknolojik açıdan bu kadar önemli olan HMF'nin sağlık açısından risk taşıyıp taşımadığı henüz kesin olarak açıklanmamıştır (Ulbrich vd., 1984). Yine de, düzenli olarak yüksek HMF miktarına sahip ürünleri tüketen insanlar, teorik olarak diğer insanlara oranla daha fazla sağlık riski taşıyabilirler. Bu nedenle, HMF oluşumuna meyilli proses edilmiş gıdalardaki düzeyinin belirlenmesi ve depolama sırasındaki artış değeri saptanarak maksimum HMF limitlerinin dikkate alınması gerekmektedir (Janowski vd., 2000). Bu amaçla, spektroskopik ve kromatografik analiz yöntemlerinden yararlanılmaktadır (Kılıçer, 2011).

Bu çalışmada özellikle reçel endüstrisinin çok sık yaşadığı HMF problemine üretici firmaların dikkatini çekmek ve Akdeniz bölgesinde satışa sunulan çilek, gül, kayısı ve vişne reçellerinin içerdiği HMF miktarlarını HPLC ile belirleyerek Türk Gıda Kodeksine uygunluğunu belirlemek amaçlanmıştır.

## 2. MATERYAL VE METOD

Örnekler Akdeniz bölgesinde farklı illerden ve farklı marketlerden satışa sunulan reçellerden hava ve ışık geçirmeyen cam ambalajlarda en az 100 g olacak şekilde laboratuvara getirilmiş olup +4°C'de analiz edilinceye kadar muhafaza edilmiştir.

### 2.1. Kullanılan Kimyasallar ve Hazırlanışı

HPLC analizlerinde deiyonize su (Ultra saf su) kullanılmıştır. Mobil fazda metanol, asetonitril, potasyum hidrojen fosfat, fosforik asit, cihazın kalibrasyonunda sertifikalı HMF standart maddesi kullanılmış olup (Sigma Aldrich, Germany) firmasından temin edilmiştir.

#### Mobil faz:

**A: Tampon:** 1,7 g  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  yaklaşık 900 ml saf suda çözündürülmüştür. % 5'lik fosforik asitle pH 3,5'e ayarlanmış ve 1000 ml'ye tamamlanmıştır. Mobil faz süzme düzeneği vasıtası ile süzümüştür.

#### B: Asetonitril

**Mobil Faz:** %90 A + %10 B olacak şekilde akış sağlanmıştır.

#### HMF Standartları:

**Ana Stok Çözeltisi (1000 ppm):** 0,1 g. HMF standardı  $\pm 0,001$  hassasiyetli terazide tartılmıştır. 100 ml'lik balon jöje içerisinde saf su ile balon jöje hacmine tamamlanmıştır.

#### Çalışma Standartları:

**50 ppm:** 1000 ppm'lik ana stoktan 5 ml alınarak, 100 ml'lik balon jöjede saf su ile balon jöje hacmine tamamlanmıştır.

**25 ppm:** 1000 ppm'lik çalışma stoğundan 2,5 ml alınarak, 100 ml'lik balon jöjede saf su ile balon jöje hacmine tamamlanmıştır.

**10 ppm:** 1000 ppm'lik çalışma stoğundan 1 ml alınarak, 100 ml'lik balon jöjede saf su ile balon jöje hacmine tamamlanmıştır.

**5 ppm:** 1000 ppm'lik çalışma stoğundan 0,5 ml alınarak, 100 ml'lik balon jöjede saf su ile balon jöje hacmine tamamlanmıştır.

**2 ppm:** 1000 ppm'lik çalışma stoğundan 0,2 ml alınarak, 100 ml'lik balon jöjede saf su ile balon jöje hacmine tamamlanmıştır.

**1 ppm:** 1000 ppm'lik çalışma stoğundan 0,1 ml alınarak, 100 ml'lik balon jöjede saf su ile balon jöje hacmine tamamlanmıştır.

### 2.2. Metot

#### 2.2.1. Metodun Tanımı ve Uygulanışı

Yöntemdeki prensip, örneklerde oluşan HMF'nin berrak, filtre edilmiş, sulandırılmış reçel solüsyonunun UV dedektörlü HPLC'de analizine dayanır.

- Örneklerin hazırlanması
- Ekstraksiyon
- Ekstraktın temizlenmesi
- Ekstrakta bulunan maddelerin ayrılması (HPLC)
- Ayrılan maddelerin tanımlanması
- Miktarların tespiti

### 2.2.2.Örneklerin Muhafazası

Örnekler hava ve ışık geçirmeyen cam ambalajlarda en az 100 g olacak şekilde laboratuvara getirilmiş olup +4°C'de analiz edilinceye kadar muhafaza edilmiştir.

### 2.2.3.Cihaz Kontrolü

#### HPLC Şartları:

- Kolon: EC 250/4,6 NUCLEODUR 25 cm x 4,6 mm
- Dedektör: DAD, 285 nm
- Akış Hızı: 1 ml/dk
- Kolon Sıcaklığı: 25°C
- Enjeksiyon hacmi: 20 µL

### 2.2.4.Örneklerin Hazırlanması ve Analiz İşlemleri

Her bir reçel örneği analize hazırlanmak amacıyla blenderdan geçirilerek homojen hale getirilmiş ve analizler üç tekerrürlü yapılmıştır.

#### Ekstraksiyon:

- 10 g veya 10 ml numune 50 ml behere alınmıştır.
- Numune üzerine 25 ml ultra saf su ilave edilip çözülür.50 ml balon jøjeye aktarılmıştır.
- Hacim ultra saf su ile tamamlanmıştır.
- Süzüntüden bir miktar 20 mL'lik enjektöre konularak, 0,45 µm'lik enjektör filtresinden geçirilerek vialer alınmıştır.

### 2.2.5. Tayin Limiti ve Ölçüm Limiti

0.5 mg/kg düzeyinde çalışma standardı hazırlanarak 10 kez HPLC cihazlarına enjekte edilmiştir.

Tayin limiti ve ölçüm limiti aşağıdaki formüle göre hesaplanmıştır:

$$\text{Tayin Limiti} = \text{ORT} + (3 \times S'_0) \quad S'_0 = \frac{s_0}{\sqrt{n}}$$

$$\text{Ölçüm Limiti} = \text{ORT} + (10 \times S'_0)$$

**Tablo 1.** 0.5 mg/kg düzeyinde çalışma standardı sonuçları

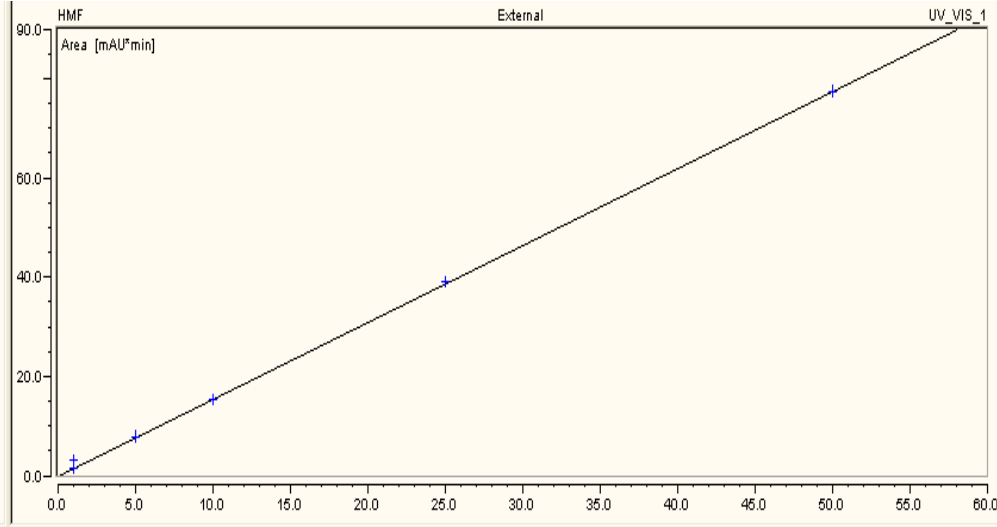
Analiz No	HMF(mg/kg)
1	0,510
2	0,527
3	0,520
4	0,519
5	0,515
6	0,518
7	0,515
8	0,513

9	0,515
10	0,515
<b>ORT</b>	<b>0,517</b>
<b>S<sub>0</sub></b>	<b>0,005</b>

### 2.2.6. Lineer Ölçüm Aralığı

Lineer ölçüm aralığını belirlemek amacıyla; 6 farklı konsantrasyonda (1,2,5,10,25,50 mg/kg) standartlar hazırlanarak shimadzu HPLC cihazlarına enjekte edilmiş ve kalibrasyon grafiği çizilmiştir.

HPLC cihazı korelasyon katsayısı ( $r^2$ )= 0,999496



### 2.2.7. Sonucun Değerlendirilmesi ve Hesaplanması

Sonuçlar; standart çözeltilerle hazırlanan kalibrasyon eğrisi kullanılarak hesaplanmıştır. Sonuçların lineerliği (doğrusallığı) cihazdan kontrol edilmiştir.

### 2.2.8. Kimyasal Analizler

Reçel örneklerinde pH tayini cam elektrotlu 'WTW' marka( pH 7310, İmolab, Germany) kullanılarak yapılmıştır. Titrasyon asitliği (TA) pH metre ile 0.1 N NaOH ile pH 8.1'e kadar titre edilmiştir. Sonuçlar, sitrik asit cinsinden g/100 ml olacak şekilde hesaplanmıştır. Suda çözünür kuru madde (SÇKM) masa tipi Abbe refraktometresi (2 WAJ, PCE Ltd. Germany) ile 20 °C' de °Briks olarak ölçülmüştür. Toplam kuru madde (TKM) içeriğini belirlemek amacıyla örneklerden yaklaşık 3-5g alınmış, vakumlu etüvde 70 °C' de, 100 mmHg (13.3kPa) basınç altında kurutulmuş ve sonuçlar % olarak hesaplanmıştır (Cemeroğlu, 2003).

### 2.2.9. HPLC ile HMF analizi

HMF analizlerinin yapılmasında SHIMADZU marka (Ant teknik, Japan) CTO-10AS kolon fırını, DGU- 14A degasse, LC-10AD likit kromatografi, SPD-M10A photo diode array (PDA) detektor ve SCL-10A sistem kontrolden oluşan HPLC aygıtı kullanılmıştır.

Ekstraksiyon işleminden sonra vialde alınan örneklerin 285 nm'de pikleri tanımlanmıştır. Pik tanımlanması standart maddenin (Sigma H 9877, Germany) geliş zamanı ve spektrumuna bakılarak yapılmıştır (AOAC, 2015; LoBrutto ve Kazakevich 2007).

## 3. BULGULAR VE TARTIŞMA

Değişik firmaların ürettiği çilek, ahududu, gül, kayısı ve vişne reçelleri üzerinde yapılan araştırmada, pH, toplam asitlik, suda çözünür kuru madde, toplam kuru madde ve HMF analizleri sonucu elde edilen bulgular Tablo2, Tablo 3, Tablo 4, Tablo 5 ve Tablo 6 'da verilmiştir. Bulguların değerlendirilmesinde

istatistiksel metottan yararlanılarak analiz sonuçlarının gerekli tebliğ ve standartlara uygunluğu değerlendirilmiştir.

Türk gıda kodeksi "Reçel, Jöle, Marmelat ve Kestane Püresi Tebliği"ne göre geleneksel reçel ve ekstra geleneksel reçelde pH aralığının 2.8–3.5 arasında olması gerektiği belirtilmiştir (Anonymous, 2005). Buna göre araştırmamızda kullanılan reçel örneklerinin pH değeri ürün tebliğinde belirtilen sınırların içinde ya da sınır değerlere yakın değerlerde ölçülmüştür.

**Tablo 2.** Çilek Reçel Örneklerine Ait Analiz Sonuçları

Reçel	pH	TA(%)	SÇKM (Briks)	TKM (%)	HMF (mg/kg)
Ç1	2.87	0.37	69.00	78.40	74.47
Ç2	2.93	0.49	70.00	77.20	73.22
Ç3	3.11	0.61	71.00	76.20	71.19
Ç4	3.65	0.65	73.00	79.80	87.21
Ç5	3.58	0.53	75.00	78.20	89.18
Ç6	2.85	0.27	74.00	77.40	54.47
Ç7	2.92	0.29	76.00	76.20	33.46
Ç8	3.10	0.31	77.00	75.70	81.33
Ç9	3.64	0.35	77.00	79.60	57.91
Ç10	3.57	0.43	75.00	78.20	82.34
Ç11	2.84	0.47	78.00	78.40	74.21
Ç12	2.90	0.48	78.00	77.20	73.34
Ç13	3.09	0.51	77.00	76.10	71.52
Ç14	3.62	0.55	74.00	80.80	49.74
Ç15	3.61	0.52	76.00	76.40	49.36
Ç16	2.91	0.46	73.00	77.70	63.23
Ç17	3.22	0.41	68.00	75.20	91.27
Ç18	3.55	0.34	69.00	79.60	97.53
Ç19	3.53	0.33	68.00	78.50	86.47
Ç20	2.98	0.37	72.00	81.70	78.45
Ç21	3.45	0.41	71.00	78.20	70.41
Ç22	3.35	0.65	74.00	79.80	91.45
Ç23	3.38	0.63	77.00	80.20	89.53
<b>ÇORT</b>	<b>3.24</b>	<b>0.45</b>	<b>74.00</b>	<b>78.10</b>	<b>73.44</b>

**Tablo 3.** Ahududu Reçel Örneklerine Ait Analiz Sonuçları

Reçel	pH	TA(%)	SÇKM (Briks)	TKM (%)	HMF (mg/kg)
A1	3.41	0.65	75.00	79.20	72.21
A2	3.07	0.59	72.00	78.60	70.45

A3	2.98	0.62	70.00	79.50	67.37
A4	3.07	0.70	72.00	81.60	74.45
A5	3.54	0.51	69.00	80.10	68.98
A6	3.43	0.85	70.00	81.20	52.78
A7	3.06	0.69	72.00	79.40	41.23
A8	2.97	0.72	71.00	77.50	38.12
A9	3.04	0.91	72.00	81.30	84.54
A10	3.49	0.51	71.00	81.10	98.64
A11	3.44	0.88	74.00	82.20	92.65
<b>A<sub>ORT</sub></b>	<b>3.22</b>	<b>0.69</b>	<b>72.00</b>	<b>80.20</b>	<b>69.22</b>

**Tablo 4.** Ahududu Reçel Örneklerine Ait Analiz Sonuçları

Reçel	pH	TA(%)	SÇKM (Briks)	TKM (%)	HMF (mg/kg)
G1	3.12	0.12	71.00	81.70	62.45
G2	3.21	0.16	75.00	79.60	70.87
G3	3.07	0.09	76.00	79.40	82.23
G4	3.67	0.46	78.00	80.60	84.37
G5	3.55	0.35	79.00	82.70	89.89
G6	3.18	0.22	77.00	76.70	51.95
G7	3.22	0.26	76.00	78.40	47.63
G8	3.05	0.21	76.00	82.40	82.32
G9	3.66	0.49	78.00	83.60	84.24
G10	3.53	0.33	79.00	84.70	89.47
G11	3.13	0.20	75.00	80.70	67.63
G12	3.19	0.21	74.00	79.10	72.34
G13	3.09	0.14	73.00	78.40	69.37
G14	3.71	0.29	72.00	75.60	80.67
G15	3.65	0.32	71.00	77.70	86.68
<b>G<sub>ORT</sub></b>	<b>3.33</b>	<b>0.25</b>	<b>75.00</b>	<b>80.10</b>	<b>74.80</b>

**Tablo 5.** Kayısı Reçel Örneklerine Ait Analiz Sonuçları

Reçel	pH	TA(%)	SÇKM (Briks)	TKM (%)	HMF (mg/kg)
K1	2.99	0.33	70.00	78.60	69.25
K2	2.97	0.47	78.00	79.20	70.22
K3	3.21	0.81	74.00	81.20	73.23
K4	3.27	0.85	73.00	80.60	74.65
K5	3.59	1.01	75.00	78.60	91.67

K6	2.97	0.31	72.00	77.40	69.63
K7	2.92	0.37	71.00	76.20	70.36
K8	3.19	0.80	68.00	82.00	43.32
K9	3.27	0.84	73.00	81.60	54.45
K10	3.51	1.02	69.00	77.60	91.54
K11	2.89	0.23	71.00	78.60	59.31
K12	2.87	0.37	72.00	75.10	79.41
K13	3.19	0.81	74.00	81.20	71.98
K14	3.22	0.85	73.00	80.40	84.24
K15	3.49	1.00	75.00	78.50	99.75
K16	2.96	0.32	70.00	79.70	89.32
<b>KORT</b>	<b>3.15</b>	<b>0.64</b>	<b>72.00</b>	<b>79.20</b>	<b>74.52</b>

**Tablo 6.** Vişne Reçel Örneklerine Ait Analiz Sonuçları

Reçel	pH	TA(%)	SÇKM (Briks)	TKM (%)	HMF (mg/kg)
V1	2.87	0.91	71.00	77.60	54.12
V2	2.64	0.89	75.00	75.90	90.35
V3	2.91	1.06	74.00	71.40	62.56
V4	2.96	1.27	76.00	81.60	51.87
V5	3.12	1.12	78.00	82.70	79.65
V6	2.87	0.91	72.00	75.40	74.45
V7	2.64	1.29	73.00	75.70	80.74
V8	2.91	1.05	74.00	81.40	82.32
V9	2.96	0.97	75.00	83.60	91.46
V10	3.12	1.12	70.00	84.70	39.32
<b>VORT</b>	<b>2.90</b>	<b>1.06</b>	<b>74.00</b>	<b>79.00</b>	<b>70.68</b>

Araştırmada 15 değişik firmaya ait reçelerde yapılan analizler sonucunda, pH değerlerinin , çilek, ahududu, gül, kayısı ve vişne reçellerinde sırasıyla 2.84-3.65, 2.97-3.54, 3.05-3.71, 2.87-3.59 ve 2.64-3.12 arasında değiştiği belirlenmiştir. İncelenen reçel örneklerinde 8 çilek, 1 ahududu, 6 gül ve 2 kayısı reçeli örneği hariç reçel tebliğinde verilen pH sınırları arasında olduğu belirlenmiştir.

Reçeller üzerinde yapılan bir çalışmada 5 adet çilek, 4 adet gül, 4 adet kayısı ve 6 adet vişne reçeli incelenmiştir. pH değerleri de sırasıyla, 3.07-3.20, 3.09-3.75, 3.47-3.93 ve 3.07-3.20 arasında ölçülmüştür (Üstün ve Tosun, 1998).

Kaplan (2006)'nın çilek, gül, kayısı ve vişne reçelleri üzerine yaptığı bir araştırmada pH değerlerini sırasıyla 3.28, 3.08, 3.44, 3.30 olarak belirlemiştir. Araştırmamız sonucunda ölçülen pH değerleri, (Üstün ve Tosun, 1998; Kaplan, 2006)'nın elde ettiği değerlerle benzerlik göstermiştir.



Kaplan (2006)'nın çilek, gül, kayısı ve vişne reçelleri üzerine yaptığı bir araştırmada; titrasyon asitliği değerlerini sırasıyla % 0.48, 0.26, 0.53, 0.71 olduğunu belirlemiştir. Yapılan analizler sonucunda ortalama titrasyon asitliği sonuçlarının; çilek, ahududu, gül, kayısı ve vişne reçellerinde sırasıyla % 0.45, 0.69, 0.25, 0.64 ve 1.06 olduğu bulunmuştur. Araştırma sonucu bulduğumuz bu değerlerle, Kaplan (2006)'nın bulduğu değerleri karşılaştırdığımızda vişne ve kayısı reçellerinde titrasyon asitliği daha yüksek bulunurken, çilek reçeline ait titrasyon asitliği değerleri daha düşük bulunmuştur Buna göre titrasyon asitliğinin en yüksek değerinin, ortalama % 1.06 ile vişne reçellerinde olduğu görülmüştür.

Reçeller üzerinde yapılan bir diğer çalışmada titrasyon asitliği değerleri çilekte % 0.18-0.66, gülde 0.12-0.36, kayısıda 0.12- 0.79 ve vişnede 0.28-1.64 olarak bulunmuştur (Tosun,1991). (Üstün, 1998; Tosun, 1991)'in araştırmaları sonucu elde ettikleri değerler, çalışmamızda bulunan ortalama değerler arasında olduğu görülmüştür.

Tosun (1991)'in ticari reçel örneklerinde yaptığı çalışmada reçel örneklerinin suda çözünür kuru madde içeriğinin çilek reçelinde ortalama % 75, gül reçelinde % 76.53, kayısıda % 75.8 ve vişnede % 73.91 bulunduğunu bildirmiştir. Kaplan (2006)'nın çilek, gül, kayısı ve vişne reçelleri üzerine yaptığı bir araştırmada, suda çözünür katı madde miktarını % 72, 74, 73, 73 olduğunu bildirmiştir.

Tüm reçel örneklerinde yapılan analizler sonucunda suda çözünür kuru madde değerlerinin, sırasıyla çilek % 68-78, ahududu % 69-75, gül %71-79, kayısı % 68-78 ve vişne reçellerinde % 70-78 arasında değiştiği görülmüştür. (Tosun, 1991; Kaplan, 2006)'nin yapmış olduğu çalışmalarda belirlenen değerlerle araştırmamızdaki ortalama değerlerin benzer olduğu görülmüştür.

Reçel tıbbiğinde, geleneksel ve ekstra geleneksel reçelerde refraktometre ile tayin edilen çözünebilir kuru madde miktarı % 68'den az olmaması gerektiği bildirilmiştir. Araştırma bulgularına göre reçel örneklerinde belirlenen kuru madde miktarları reçel tıbbiğinde yer alan en az % 68 kuru madde koşulunu sağladığı görülmüştür.

Tüm reçel örneklerinde yapılan analizler sonucunda, toplam kuru madde sonuçları, çilek reçellerinde % 75.2-81.7, ahududu reçellerinde % 77.5-82.2, gül reçellerinde % 75.6-84.7, kayısı reçellerinde % 75.1-82.0, vişne reçellerinde % 71.4-84.7 arasında değiştiği görülmüştür. Buna göre örneklerin toplam kuru madde değerlerinin, reçel tıbbiğinde gösterilen standarda uygun olduğu görülmüştür.

Reçel standartlarında HMF oranlarında sınırlama getirilmesine rağmen Reçel, Jöle, Marmelat ve Tatlandırılmış Kestane Püresi Tebliği'nde böyle bir sınırlama görülmemektedir. Çilek, ahududu, gül, kayısı ve vişne reçellerinde incelenen niteliklere ait ortalama değerler Çizelge 2'de görüldüğü gibi sırasıyla şöyledir: pH 3.24, 3.22, 3.33, 3.15, 2.90; titrasyon asitliği % 0.45, 0.69, 0.25, 0.64, 1.06; çözünür katı madde % 74, 72, 75, 72, 74; kuru madde % 78.1, 80.2, 80.1, 79.2, 79.0; hidroksimetil furfural 73.44, 69.22, 74.80,74.52, 70.68 mg/kg olarak bulunmuştur.

**Tablo 7.** 15 Farklı Firma, 75 Farklı Örneğin Ortalamalarının pH, TA, SÇKM, TKM ve HMF Değerleri.

Reçel	pH	TA (%)	SÇKM (°Briks)	TKM (%)	HMF (mg/kg)
Ç <sup>ORT</sup>	3.24 <sup>A</sup>	0.45 <sup>C</sup>	74.00 <sup>AB</sup>	78.10 <sup>A</sup>	73.44 <sup>A</sup>
A <sup>ORT</sup>	3.22 <sup>A</sup>	0.69 <sup>B</sup>	72.00 <sup>B</sup>	80.20 <sup>A</sup>	69.22 <sup>A</sup>
G <sup>ORT</sup>	3.33 <sup>A</sup>	0.25 <sup>D</sup>	75.00 <sup>A</sup>	80.10 <sup>A</sup>	74.80 <sup>A</sup>
K <sup>ORT</sup>	3.15 <sup>AB</sup>	0.64 <sup>B</sup>	72.00 <sup>B</sup>	79.20 <sup>A</sup>	74.52 <sup>A</sup>
V <sup>ORT</sup>	2.90 <sup>B</sup>	1.06 <sup>A</sup>	74.00 <sup>AB</sup>	79.00 <sup>A</sup>	70.68 <sup>A</sup>

<sup>A,B,C,D</sup> Aynı sütun üzerinde her bir firmaya ait ortalama değerler arasındaki farklılıklar p<0.05 düzeyinde önemsizdir.

HMF konusunda yapılan çok sayıdaki çalışmalara karşın reçelerde HMF oluşumu konusunda yayınlanmış araştırmalar çok kısıtlıdır. (Trifiro ve Landi, 1962)'nin kayısı reçellerinin 45 °C'de 2 ay depolanmasından sonra HMF miktarının 0.25 mg/100g'dan 29.8 mg/100g'a kadar arttığını aktarmışlardır. Yapılan diğer bir çalışmada, reçeller 20 °C ve 35 °C sıcaklıklarda 12 ay depolanmıştır. Başlangıçtaki HMF miktarı 0.6 mg/100g olan ticari şeftali reçeli örneğinde 20 °C'deki depolama sonunda bu miktar 2.5 mg/100g'a yükselirken, 35 °C'deki depolama sonunda ise, bu miktar 35.2 mg/100g olarak saptanmıştır (Rada- Mendoza vd. 2004). Bu sonuçlar, HMF oluşumu üzerine depolama sıcaklık ve süresinin önemli etkisinin olduğunu açıkça göstermektedir.

#### 4.SONUÇLAR

Araştırmada 15 değişik firmaya ait reçelerde yapılan analizler sonucunda, pH değerlerinin, çilek, ahududu, gül, kayısı ve vişne reçellerinde sırasıyla 2.84-3.65, 2.97-3.54, 3.05-3.71, 2.87-3.59 ve 2.64-3.12 arasında değiştiği belirlenmiştir. İncelenen reçel örneklerinde 8 çilek, 1 ahududu, 6 gül ve 2 kayısı reçeli örneği hariç reçel tebliğinde verilen pH sınırları arasında olduğu belirlenmiştir.

Yapılan analizler sonucunda ortalama titrasyon asitliği sonuçlarının; çilek, ahududu, gül, kayısı ve vişne reçellerinde sırasıyla % 0.45, 0.69, 0.25, 0.64 ve 1.06 olduğu bulunmuştur. Buna göre titrasyon asitliğinin en yüksek değerinin, ortalama % 1.06 ile vişne reçellerinde olduğu görülmüştür.

Tüm reçel örneklerinde yapılan analizler sonucunda suda çözünür kuru madde değerlerinin, sırasıyla çilek % 68-78, ahududu % 69-75, gül %71-79, kayısı % 68-78 ve vişne reçellerinde % 70-78 arasında değiştiği görülmüştür. Araştırma bulgularına göre reçel örneklerinde belirlenen kuru madde miktarları reçel tebliğinde yer alan en az % 68 kuru madde koşulunu sağladığı görülmüştür.

Tüm reçel örneklerinde yapılan analizler sonucunda, toplam kuru madde sonuçları, çilek reçellerinde % 75.2-81.7, ahududu reçellerinde % 77.5-82.2, gül reçellerinde % 75.6-84.7, kayısı reçellerinde % 75.1-82.0, vişne reçellerinde % 71.4-84.7 arasında değiştiği görülmüştür. Buna göre örneklerin toplam kuru madde değerlerinin, reçel tebliğinde gösterilen standarda uygun olduğu görülmüştür.

Reçel standartlarında HMF oranlarında sınırlama getirilmesine rağmen Reçel, Jöle, Marmelat ve Tatlandırılmış Kestane Püresi Tebliği'nde böyle bir sınırlama görülmemektedir. HMF değerleri ilgili standartlara göre değerlendirilmiş, firmalara ait çilek reçellerinden 9 tanesi, ahududu reçellerinden 3 tanesi, gül reçellerinden 8 tanesi, kayısı reçellerinden 5 tanesi ve vişne reçellerinden 4 tanesi HMF sınırlarını aştıkları görülmüştür.

Elde edilen bulgular ışığında, reçel örneklerinin bir kısmının bazı özellikler bakımından "Reçel, jöle, marmelat ve tatlandırılmış kestane püresi tebliği"ne uygun olduğu görülürken; bir kısmının da uygun olmadığı belirlenmiştir. Ticari reçel üretimi yapan firmalara ait örneklerle ilgili denetimlerin daha sıklaştırılarak, söz konusu uygunsuzlukların düzeltilerek tüketiciye standartlara uygun ürünler sunulmasına katkı sağlayacağı düşünülmektedir.

#### KAYNAKLAR

- Aksar, A. (1984). Flavour Changes during production and storage of fruit juices. *Fluessiges Obst.*, 51, 564-569.
- Anonymous, (1967). Sebze ve Meyve İşleme Sanayi. 2. Beş Yıllık Kalkınma Planı Hazırlık Çalışmaları
- T.C. Başbakanlık Devlet planlama Teşkilatı. No: 536 İ. P. D. 209.

- Anonymous, (1981). Vişne Suyu Standardı (TS 3631). *TSE Yayını*. Ankara.
- Anonymous, (1987a). TS 3958. Vişne Reçeli Standardı. *Türk Standartları Enstitüsü*, Ankara.
- Anonymous, (2005). TS 4186. Çilek Reçeli Standardı. *Türk Standartları Enstitüsü*, Ankara. *Kestane Püresi Tebliği* (tebliğno: 2006/55).
- Anonymous, (2006). *Türk Gıda Kodeksi Reçel, Jöle, Marmelat ve Tatlandırılmış Kestane Püresi Tebliği* (Tebliğ no: 2006/55).
- AOAC, (2015). *Journal of AOAC Int.*, Vol.76, No:2, 268-274.
- Cemeroğlu, B., Acar, J. (1986). Meyve ve Sebze İşleme Teknolojisi. *Gıda Teknolojisi Derneği Yayın No:6*. Ankara.
- Cemeroğlu, B., Karadeniz, F. ve Özkan, M. (2003). Meyve ve Sebze İşleme Teknolojisi. *Gıda Teknolojisi Derneği Yayınları*, No:28, 690 s, Ankara.
- Janzowski, C., Glaab, V., Samimi, E., Schlatter, J. ve Eisenbrand, G. (2000). 5-Hydroxymethylfurfural: assessment of mutagenicity, DNA-damaging potential and reactivity towards cellular glutathione. *Food and Chemical Toxicology* 38; 801-809.
- Kaplan, B. (2006). *Çukurova Bölgesinde Satışa Sunulan Bazı Reçellerin Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri İle Türk Gıda Kodeksine Uygunluğu Üzerine Bir Araştırma*, Yüksek Lisans Tezi, 53 s.
- Kılıçer, M.C. (2011) *Geleneksel Yollarla Üretilen Reçel Örneklerindeki Hidroksimetilfurfural'ın Miktar Tayini*, Yüksek Lisans Tezi, 48s.
- LoBrutto, R. ve Kazakevich, YV. (2007). HPLC for Pharmaceutical Scientists (1 st ed), *John Wiley and Sons*, New Jersey, 2007: 3-65.
- Rada-Mendoza, M., Olano, A. ve Villamiel, M. (2002). Determination of hydroxymethylfurfural in commercial jams and in fruit-based infant foods. *Food Chemistry*. 79: 513-516.
- Rada- Mendoza, M., Sanz, M. L., Olano, A. ve Villamiel, M. (2004). Formation of hydroxymethylfurfural and furosine during the storage of jams and fruit- based infant foods. *Food Chemistry*, 85 (4); 605-609.
- Telatar, Y. (1985a). Elma Suyu ve Konsantrelerinde Hidroksimetilfurfural (HMF). I. Farklı Elma Çeşitlerinin Elma Suyu ve Konsantresine İşlenmesi Sürecinde HMF Oluşumu. *Gıda*, Yıl: 10. Sayı:4; 195-201.
- Telatar, Y. (1985b). Elma Suyu ve Konsantrelerinde Hidroksimetilfurfural (HMF). II. Farklı Elma Suyu Konsantrelerinin Depolanması Sürecinde Hidroksimetilfurfural Oluşumu ve Buna Bağlı Olarak Bazı Bileşim Öğelerinde Meydana Gelen Değişmeler. *Gıda*, Yıl:10. Sayı:5; 271-280.
- Tosun, İ. (1991). *Standardı Olan Bazı Reçel Çeşitlerinin Bileşimi Üzerine Araştırmalar*. O.M.Ü.Yüksek Lisans Tezi, Samsun, 75s.
- Trifiro, E. ve Landi, S. (1962). Formation of hydroxymethylfurfural in fruite jams. *Industria Conserve*, 37, 260-269.

Ulbrich, R.J., Northup, S.J. ve Thomas, J.A. (1984). A review of 5-Hydroxymethylfurfural (HMF) in parenteral solutions. *Fundamental and Applied Toxicology*, 4; 843-853.

Üstün, N. Ş. ve Tosun, İ. (1998). Çeşitli Reçellerin Bileşimi Üzerine Bir Araştırma. *Gıda* 23 (2): 125-131.