

UYGULAMA NOTU

Gaz Kromatografi Kütle Spektrometri

M001

GC/MS ile Yemeklik Yağlarda Aroma Bileşiklerinin Tayini

HAZIRLAYAN

Yük. Kim. Müh. Hacer Kaptanoğlu
Ant Teknik Cihazlar Ltd. Şti.

KONU:

Yemeklik Yağlarda Aroma Bileşiklerinin Tayini

ÇALIŞMANIN AMACI:

Farklı sıcaklık koşullarında farklı türdeki yemeklik yağların oluşturduğu aroma bileşiklerinin tayini.

Yemeklik yağların yüksek sıcaklıklara ısıtılması ve tekrar tekrar kullanılması oluşan aroma bileşiklerinin yapısını değiştirmektedir. Sıcaklık artışına bağlı olarak toksik veya kanserojen etkileri bulunan aldehit, keton ve benzeri bileşiklerin oluşumu bilinmektedir. Çalışmada farklı tür yağlar ve farklı sıcaklık koşulları ve uygulama süresi denenerek oluşan aroma bileşikleri incelenmiştir.

METOD ve MATERYALLER:

Numune ekstraksiyon için SPME (Katı Faz Mikroekstraksiyon) yöntemi kullanılmıştır.

Çalışma Shimadzu marka GCMS-QP2010Plus cihazıyla yapılmıştır.

Kullanılan SPME Fiberleri:

100 µm PDMS, 75 µm Carboxen/PDMS

Kullanılan Yağ Türleri:

Ayçiçeği Yağı, Zeytinyağı, Mısır Yağı, Fındık Yağı

Uygulanan Sıcaklıklar:

90 °C, 180 °C, 240 °C

Ekstraksiyon Yöntemi:

20 mL'lik Headspace viallerine alınan 5 gr yağ örneği; istenilen sıcaklığa ayarlanmış hotplate'e konularak 15 dakika boyunca ısıtılmıştır. Isıtma süresince oluşan aroma bileşikleri kullanılan SPME fiberi tarafından adsorplanır. SPME fiber sayesinde örneğin kolay ve konsantre bir şekilde analizi yapılmaktadır.

Hesaplama: Numune değerlendirmesi % alan dağılımına göre kalitatif olarak yapılmıştır.

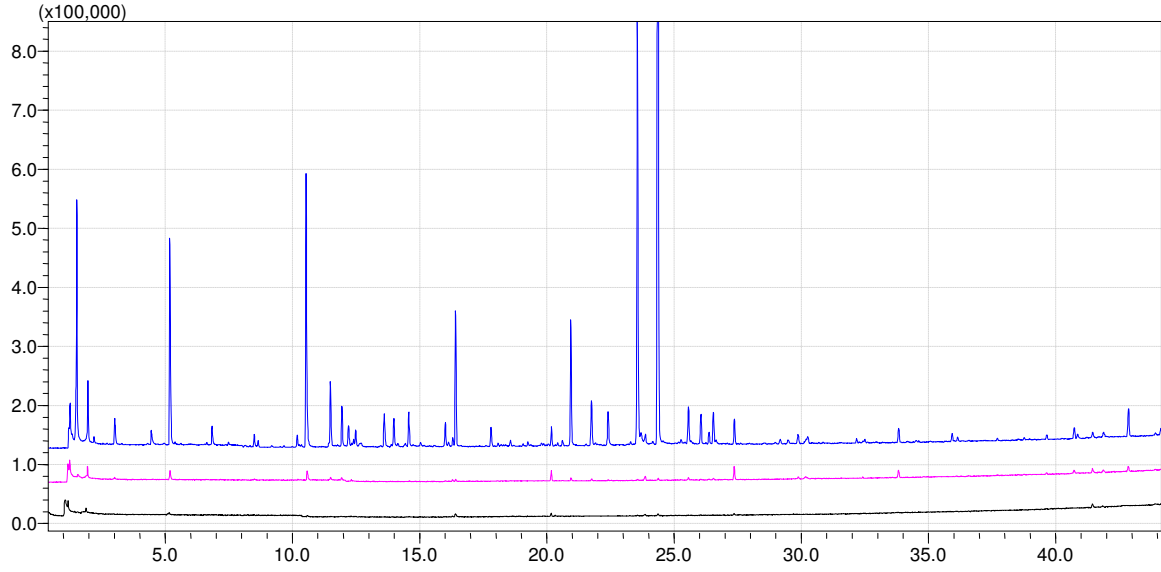
ANALİTİK KOŞULLAR:

Cihaz	: GCMS-QP2010Plus	İyon Kaynağı Sıcaklığı	: 200 °C
Kolon	: TRB-5MS	Arayüz Sıcaklığı	: 250 °C
(30 m x0.25 mm x0.25 µm)		Başlangıç	: 0 dk
Enjeksiyon Sıcaklığı	: 250 °C	Bitiş	: 55 dk
Enjeksiyon Modu	: Split	Veri Toplama Modu	: Scan
Akış Kontrol Modu	: Pressure	Başlangıç m/z	: 40
Basınç	: 80 kPa	Bitiş m/z	: 400
Split Oranı	: 25		
Kolon Sıcaklık Programı:			
	40 °C 2 dk		
4 °C/dk	240 °C 3 dk		

- FFNSC 1.3 Food & Fragrance kütüphanesi Alıkonma Zamanı İndeksli (Retention Index) kullanılmıştır.
- C7-C30 Alkan Standardı kullanılarak; Alıkonma Zamanı hesaplaması yapılmıştır.

SONUÇLAR ve GÖRÜŞLER

1. Ayçiçeği Yağı:

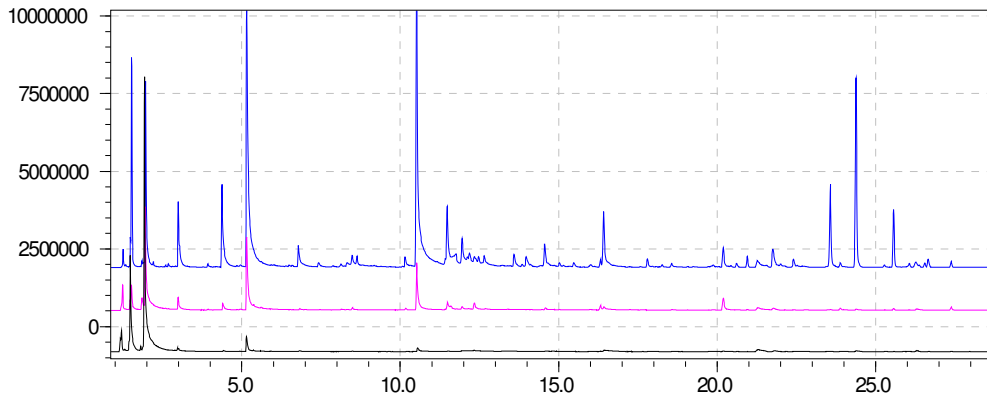


Grafik 1.1 Ayçiçeği yağı numunesinde 100 µm PDMS SPME fibri ile farklı sıcaklıklarda elde edilen GCMS kromatogramlarının karşılaştırılması (siyah: 90 °C, pembe: 180 °C, mavi: 240 °C)

Sıcaklık artıkcı aldehit ve keton türü bileşenler ve miktarları artış göstermektedir. En yoğun değışim 240 °C örneklerde elde edilmiştir.

Tablo 1.1 240 °C’de ayçiçeği yağı numunesinde 100 µm PDMS fibriyle elde edilen aroma bileşiklerinin dağılımı

Retention Time	Area	%Area	Name
1,342	91871	0,55	Isobutyl alcohol
1,962	367854	2,19	Acetate <isopropyl->
2,203	40980	0,24	Butyraldehyde <2-methyl->
3,01	144952	0,86	Valeraldehyde
4,449	78982	0,47	Pent-2(Z)-enol
5,178	944780	5,62	Capronaldehyde
6,834	88367	0,53	Hex-2(E)-enal
8,497	61752	0,37	Enanthaldehyde
10,185	47157	0,28	Cyclohexanone <2-methyl->
11,492	325946	1,94	Vinyl amyl carbinol
11,945	206415	1,23	Furan <2-amyl->
12,202	123614	0,74	Caprylaldehyde
13,608	173553	1,03	Eucalyptol
14,572	177114	1,05	Oct-2(E)-enal
16,009	122061	0,73	Linalool
16,306	41894	0,25	Hendecane
16,411	671844	4	Pelargonaldehyde
17,805	101251	0,6	Formate <octyl->
18,568	28157	0,17	Non-2(E)-enal
20,18	96934	0,58	Dodecane
20,612	32594	0,19	Nona-2(E),4(E)-dienal
20,943	650364	3,87	Oct-7-enol <3,7-dimethyl->
21,752	248966	1,48	Heptylidene acetone
22,404	198823	1,18	Dec-2(E)-enal
23,559	2329461	13,86	Menthyl acetate
23,7	88410	0,53	Tridecane
23,873	61964	0,37	Tridecane
24,362	6155664	36,63	Deca-2(E),4(E)-dienal
25,563	207264	1,23	Citronellyl acetate
26,055	155951	0,93	Undec-8-enal <cis->
26,376	66918	0,4	Cyclohexanol <4-tertbutyl-> acetate
26,544	172721	1,03	Geranyl acetate
27,374	134754	0,8	Tetradecane
29,874	55621	0,33	Citronellyl isobutyrate
30,252	33832	0,2	Lauryl alcohol
33,828	78930	0,47	Hexadecane
35,928	42478	0,25	Citronellyl tiglate <(E)->
40,731	62650	0,37	Neophytadiene
42,862	157582	0,94	Hexadec-6-enoic acid <16-hydroxy->omega lactone
44,137	37600	0,22	Geranyl benzoate

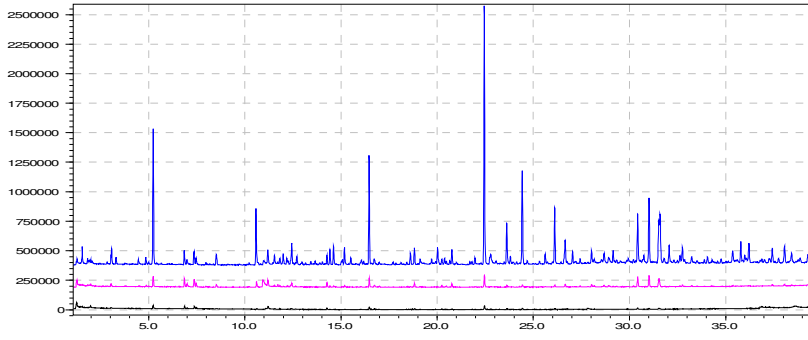


Grafik 1.2 Ayçiçeği yağı numunesinde 75 µm Carboxen/PDMS SPME fiberi ile farklı sıcaklıklarda elde edilen GCMS kromatogramlarının karşılaştırması (siyah: 90 °C, pembe: 180 °C, mavi: 240 °C)

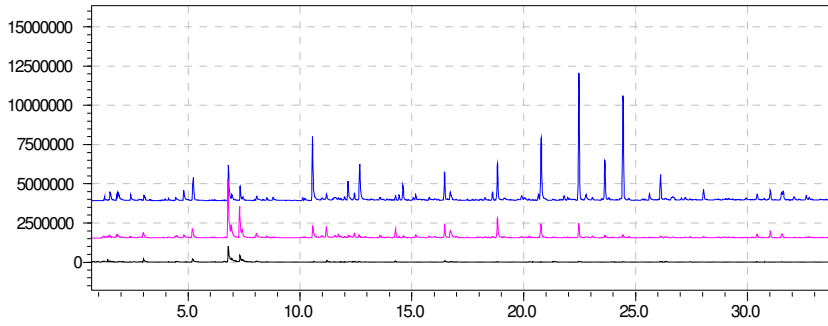
Tablo 1.2 240°C’de ayçiçeği yağı numunesinde 75 µm Carboxen/PDMS fiberiyle elde edilen aroma bileşiklerinin dağılımı

Retention Time	Area	%Area	Name
1.486	1685921	1.10	Butyl alcohol
1.520	11440108	7.45	Isobutyl alcohol
1.849	389412	0.25	Acetate <isopropyl->
2.992	6468703	4.21	Valeraldehyde
4.373	9517511	6.20	Pent-2(E)-enal
5.157	39288234	25.58	Capronaldehyde
6.782	2335432	1.52	Hex-2(E)-enal
7.419	437042	0.28	Hexanol <n->
8.317	537776	0.35	Heptenal <4Z->
8.480	1346477	0.88	Enanthaldehyde
8.631	856267	0.56	Enanthaldehyde
10.154	804601	0.52	Cyclohexanone <2-methyl->
11.417	439579	0.29	Heptanol <n->
11.480	7350167	4.79	Vinyl amyl carbinol
11.757	3190476	2.08	Isocaproic acid
11.950	4024876	2.62	Furan <2-amyl->
12.183	1703887	1.11	Caprylaldehyde
12.336	944954	0.62	Decane
12.468	1036972	0.68	Caprylaldehyde
12.647	1465825	0.95	Heptandienal <2,4-trans,trans->
13.593	1489893	0.97	Eucalyptol
14.554	2185628	1.42	Oct-2(E)-enal
16.317	717091	0.47	Heptadecane
16.413	7345198	4.78	Pelargonaldehyde
17.798	809357	0.53	Fenchol <alpha->
18.561	336820	0.22	Non-2(E)-enal
20.192	2044396	1.33	Dodecane
20.610	388121	0.25	Nona-2(E),4(E)-dienal
20.948	1017421	0.66	Oct-7-enol <3,7-dimethyl->
21.756	2967821	1.93	Heptylidene acetone
22.001	358269	0.23	Pulegone
22.409	740781	0.48	Dec-2(E)-enal
23.568	8569316	5.58	Menthyl acetate
23.886	371276	0.24	Tridecane
24.379	20985995	13.66	Deca-2(E),4(E)-dienal
25.566	5752468	3.75	Nonanoic acid <4-methyl->
26.061	289440	0.19	Undec-8-enal <cis->
26.547	410976	0.27	Undecanal <2-methyl->
26.656	894100	0.58	Bourbonene <beta->
27.383	643785	0.42	Tetradecane

2. Zeytinyağı:



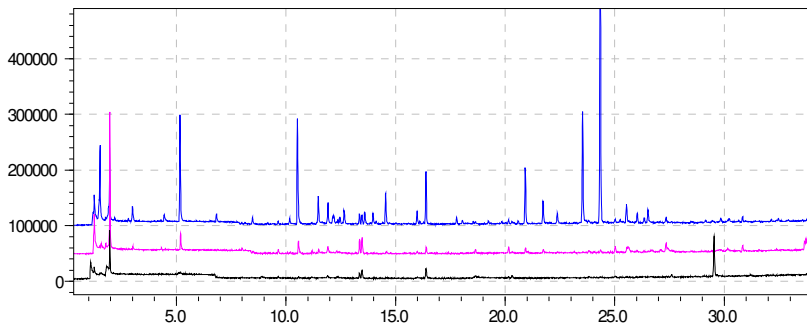
Grafik 2.1 Zeytinyağı numunesinde 100 µm PDMS SPME fiberi ile farklı sıcaklıklarda elde edilen GCMS kromatogramlarının karşılaştırması (siyah: 90 °C, pembe: 180 °C, mavi: 240 °C)



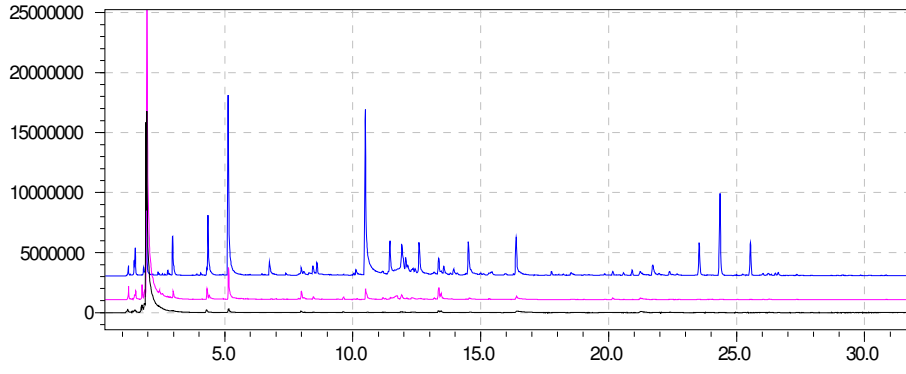
Grafik 2.2 Zeytinyağı numunesinde 75 µm Carboxen/PDMS SPME fiberi ile farklı sıcaklıklarda elde edilen GCMS kromatogramlarının karşılaştırması (siyah: 90 °C, pembe: 180 °C, mavi: 240 °C)

Sıcaklık artıkcı aldehit ve keton türü bileşenler ve miktarları artış göstermektedir. En yoğun değışim 240 °C örneklerde elde edilmiştir.

3. Mısıır Yağı:

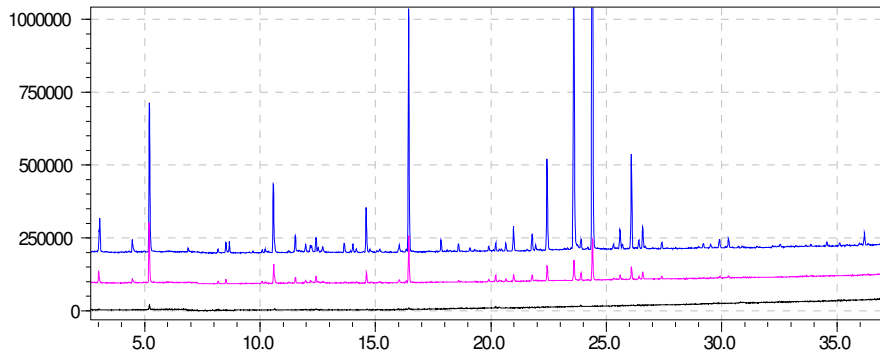


Grafik 3.1 Mısıır yağı numunesinde 100 µm PDMS SPME fiberi ile farklı sıcaklıklarda elde edilen GCMS kromatogramlarının karşılaştırması (siyah: 90 °C, pembe: 180 °C, mavi: 240 °C)

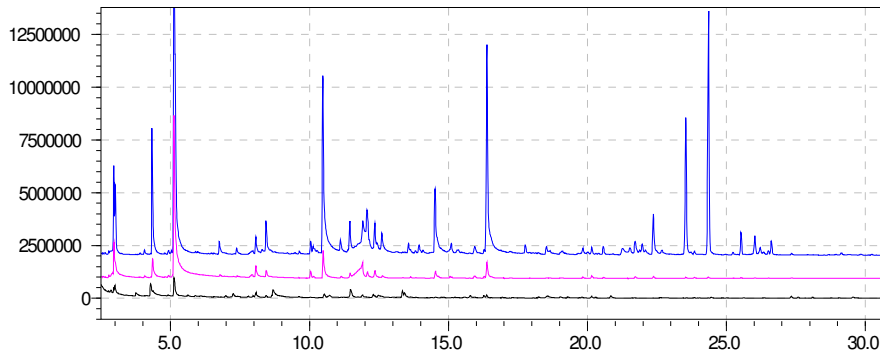


Grafik 3.2 Mısır yağı numunesinde 75 µm Carboxen/PDMS SPME fiberi ile farklı sıcaklıklarda elde edilen GCMS kromatogramlarının karşılaştırılması (**siyah: 90 °C**, **pembe: 180 °C**, **mavi: 240 °C**)

4. Fındık Yağı:



Grafik 4.1 Fındık yağı numunesinde 100 µm PDMS SPME fiberi ile farklı sıcaklıklarda elde edilen GCMS kromatogramlarının karşılaştırılması (**siyah: 90 °C**, **pembe: 180 °C**, **mavi: 240 °C**)



Grafik 4.2 Fındık yağı numunesinde 75 µm Carboxen/PDMS SPME fiberi ile farklı sıcaklıklarda elde edilen GCMS kromatogramlarının karşılaştırılması (**siyah: 90 °C**, **pembe: 180 °C**, **mavi: 240 °C**)

Çalışmalarımız Abant İzzet Baysal Üniversitesi Yenilikçi Gıda Teknolojileri Araştırma ve Geliştirme Merkezi'nde gerçekleştirilmiştir. Desteklerinden dolayı Sn. Doç. Dr. Gülsün Akdemir Evrendilek'e teşekkürlerimizi sunarız.

Bu Aplikasyon Notu uygulamanın gerçekleştirildiği tarihe ait bilgiler ışığında oluşturulmuştur. Bu yayında yer alan bilgilerin referans gösterilerek başka bir yerde kullanılması Ant Teknik'in iznine tabidir. Aplikasyon Notu Ant Teknik tarafından önceden bildirilmeksizin değiştirilebilir.