

Yemeklik zeytinyağı

Edible olive oil



**TÜRK
STANDARDLARI
ENSTİTÜSÜ**

Türk Standardı

tst 341

TS 341:2011 yerine

ICS 67.200.10

Yemeklik zeytinyağı

Edible olive oil

**TELİF HAKKI KORUMALI DOKÜMAN**

© TSE 2023

Tüm hakları saklıdır. Aksi belirtilmedikçe bu yayının herhangi bir bölümü veya tamamı, TSE'nin yazılı izni olmaksızın fotokopi ve mikrofilm dâhil, elektronik ya da mekanik herhangi bir yolla çoğaltılamaz ya da kopyalanamaz.

TSE Standard Hazırlama Merkezi Başkanlığı

Necatibey Caddesi No: 112
06100 Bakanlıklar * ANKARA

Tel: + 90 312 416 68 30

Faks: + 90 312 416 64 39

E-posta: dokumansatis@tse.org.tr

Web: www.tse.org.tr

Önsöz

Bu standart, Türk Standardları Enstitüsü Gıda, Tarım ve Hayvancılık İhtisas Kurulu'na bağlı TK15 Gıda ve Ziraat Teknik Komitesi'nce TS 341:2011'nin revizyonu olarak hazırlanmış ve TSE Teknik Kurulu'nuntarihli toplantısında kabul edilerek yayımına karar verilmiştir.

Bu standart yayımlandığında TS 341:2011'nin yerini alır.

Bu standardın hazırlanmasında, milli ihtiyaç ve imkanlarımız ön planda olmak üzere, milletlerarası standartlar ve ekonomik ilişkilerimiz bulunan yabancı ülkelerin standartlarındaki esaslar da göz önünde bulundurularak; yarar görülen hallerde, olabilen yakınlık ve benzerliklerin sağlanmasına ve bu esasların, ülkemiz şartları ile bağdaştırılmasına çalışılmıştır.

Bu standart son şeklini almadan önce; üretici, imalatçı ve tüketici durumundaki konunun ilgilileri ile gerekli işbirliği yapılmış ve alınan görüşlere göre revize edilmiştir.

Bu standartta kullanılan bazı kelime ve/veya ifadeler patent haklarına konu olabilir. Böyle bir patent hakkının belirlenmesi durumunda TSE sorumlu tutulamaz.

İçindekiler

	Sayfa
Önsöz	iii
1 Kapsam	1
2 Bağlayıcı atıflar	1
3 Terimler ve tanımlar	2
4 Sınıflandırma ve özellikler	3
4.1 Sınıflandırma	3
4.2 Naturel zeytinyağı türleri	3
4.3 Özellikler	3
4.4 Özellik, muayene ve deney madde numaraları	6
5 Numune alma, muayene ve deneyler	7
5.1 Numune alma	7
5.2 Muayeneler	7
5.3 Deneyler	7
5.4 Değerlendirme	17
5.5 Muayene ve deney raporu	17
6 Piyasaya arz	17
6.1 Ambalajlama	17
6.2 İşaretleme	17
7 Çeşitli hükümler	18
Kaynaklar	19
Ek A (Bilgi için) Tüketime sunulma şekillerine göre zeytinyağı türleri ve yabancı dil karşılıkları	20
Ek B (Bilgi için) Naturel zeytinyağına ait lezzet özellikleri ve tespiti	21
B.1 Amaç ve kapsam	21
B.2 Uygulama alanı	21
B.3 Özel terimler	21
B.4 Panel	22
B.5 İşlem	23

1 Kapsam

Bu standart yemeklik zeytinyağını kapsar. Ham zeytinyağını kapsamaz.

Not - Bu standart metninde bundan sonra “yemeklik zeytinyağı” terimi yerine “zeytinyağı” terimi kullanılmıştır.

2 Bağlayıcı atıflar

Bu standartta, diğer standart ve/veya dokümanlara atıf yapılmaktadır. Bu atıflar metin içerisinde uygun yerlerde belirtilmiş ve aşağıda liste hâlinde verilmiştir. Tarihli atıflarda, yalnızca alıntı yapılan baskı geçerlidir. Tarihli olmayan dokümanlar için, atıf yapılan dokümanın (tüm tadiller dâhil) son baskısı geçerlidir. * İşaretili olanlar bu standardın basıldığı tarihte İngilizce metin olarak yayımlanmış olan Türk Standartları’dır.

TS No	Türkçe Adı	İngilizce Adı
TS 342	Yemeklik Zeytinyağı-Muayene ve Deney Yöntemleri	Methods of analysis for edible olive oils
TS 545	Ayarlı çözeltilerin hazırlanması	Preparation of standard solutions for volumetric analysis
TS EN ISO 661	Hayvansal ve bitkisel yağlar - Analiz numunesinin hazırlanması	Animal and vegetable fats and oils - Preparation of test sample
TS EN ISO 662*	Hayvansal ve bitkisel katı ve sıvı yağlar- Rutubet ve uçucu madde tayini	Animal and vegetable fats and oils - Determination of moisture and volatile matter content
TS EN ISO 663*	Hayvansal ve bitkisel katı ve sıvı yağlar - Çözünmeyen safsızlık muhtevasının tayini	Animal and vegetable fats and oils - Determination of insoluble impurities content
TS 2104	Belirteçler - Belirteç çözeltileri hazırlama yöntemleri	Indicators - Methods of preparation of indicator solutions
TS EN ISO 3656*	Hayvansal ve bitkisel katı ve sıvı yağlar- Mor ötesi absorbansının özgün uv sönmelenmesi cinsinden tayini	Animal and vegetable fats and oils - Determination of ultraviolet absorbance expressed as specific UV extinction
TS EN ISO 3696	Su - Analitik laboratuvarında kullanılan - Özellikler ve deney metotları	Water for analytical laboratory use - Specification and test methods
TS 4963	Hayvansal ve bitkisel yağlar - Sabunlaşmayan maddelerin tayini	Animal and vegetable oils and fats - Determination of unsaponifiable matter
TS EN ISO 3960*	Hayvansal ve bitkisel katı ve sıvı yağlar - Peroksit değeri tayini - İdiyometrik (görsel) son nokta tayini	Animal and vegetable fats and oils- Determination of peroxide value- Iodometric (visual) endpoint determination
TS 5036	Hayvansal ve bitkisel yağlar - Tokoferollerin (vitamin E) tayini	Animal and vegetable fats and oils - Determination of tocopherols (vitamin E) content

TS 5038	Hayvansal ve bitkisel yağlar - Sabun miktarının tayini	Animal and vegetable fats and oils - Determination of soap content
TS 7060 EN ISO 5555	Hayvansal ve bitkisel katı ve sıvı yağlar - Numune alma	Animal and vegetable fats and oils - Sampling
TS EN ISO 12193	Hayvansal ve bitkisel katı ve sıvı yağlar - Doğrudan grafit fırınlı atomik absorpsiyon spektroskopisi ile kurşun tayini	Animal and vegetable fats and oils - Determination of lead by direct graphite furnace atomic absorption spectroscopy
TS EN ISO 12228-2*	Tek tek ve toplam sterol içeriğinin tayini-Gaz kromatografik yöntem-Bölüm 2:Zeytin ve prina yağı	Determination of individual and total sterols contents - Gas chromatographic method - Part 2: Olive and olive pomace oils
TS EN ISO 12966-1*	Hayvansal ve bitkisel katı ve sıvı yağlar - Yağ asidi metil esterlerinin gaz kromatografisi - Bölüm 1: Yağ asidi metil esterlerinin modern gaz kromatografisine ilişkin kılavuz bilgiler	Animal and vegetable fats and oils - Gas chromatography of fatty acid methyl esters - Part 1: Guidelines on modern gas chromatography of fatty acid methyl esters
TS EN ISO 12966-2*	Hayvansal ve bitkisel katı ve sıvı yağlar- Yağ asitleri metil esterlerinin gaz kromatografisi-Bölüm 2:Yağ asitleri metil esterlerinin hazırlanması	Animal and vegetable fats and oils - Gas chromatography of fatty acid methyl esters - Part 2: Preparation of methyl esters of fatty acids (ISO 12966-2:2017)
TS EN ISO 12966-4*	Hayvansal ve bitkisel katı ve sıvı yağlar- Yağ asitleri metil esterlerinin gaz kromatografisi -Bölüm 4: Kapiler gaz kromatografisi ile tayin	Animal and vegetable fats and oils - Gas chromatography of fatty acid methyl esters - Part 4: Determination by capillary gas chromatography
TS EN ISO 15788-1	Hayvansal ve bitkisel katı ve sıvı yağlar - Bitkisel sıvı yağlarda stigmastadienlerin tayini - Bölüm 1 : Kılcal kolonlu gaz kromatografi yöntemi (Referans yöntem)	Animal and vegetable fats and oils - Determination of stigmastadienes in vegetable oils - Part 1: Method using capillary-column gas chromatography (Reference method)

3 Terimler ve tanımlar

3.1

zeytinyağı

zeytin ağacı, (*Olea europaea sativa* Hoffm. et Link) meyvesinden tekniğine uygun olarak üretilen yağ

3.2

naturel zeytinyağı

zeytin ağacı meyvesinden doğal niteliklerinde değişikliğe neden olmayacak bir ısı ortamında, sadece yıkama, dekantasyon, santrifüj ve filtrasyon gibi mekanik veya fiziksel işlemler uygulanarak elde edilen yağ,

Not: Naturel sızma yağına hiçbir katkı maddesi ilave edilmemelidir.

3.3

rafine zeytinyağı

zeytinyağının, doğal trigliserit yapısında değişikliğe yol açmayan yöntemlerle rafine edilmesi sonucu elde edilen, rafinasyon artığı madde ihtiva etmeyen yağ.

3.4

riviera zeytinyağı

naturel zeytinyağı ile rafine zeytinyağı karışımından meydana gelen ve özellikleri naturel zeytinyağı ile rafine zeytinyağı arasında değişen yağ

3.5

çeşnili zeytinyağı

zeytinyağına değişik baharat, bitki, meyve ve sebzeler ve bunların doğal aroma maddeleri katılarak çeşnilendirilmesi ile elde edilen yağ

3.6

katkı maddeleri

Gıda Katkı Maddeleri mevzuatına uygun zeytinyağına katılmasına müsaade edilen gıda katkı maddeleri

3.7

yabancı madde

zeytinyağında kendisinden başka bulunan gözle görülebilir her türlü madde.

4 Sınıflandırma ve özellikler

4.1 Sınıflandırma

Zeytinyağı, üretimde uygulanan yöntemlere göre;

- Naturel zeytinyağı,
- Rafine zeytinyağı,
- Riviera zeytinyağı

olmak üzere üç sınıfa ayrılır.

Not - Zeytinyağına kalite ve saflık kriterlerinin değişmemesi şartıyla, çeşni maddeleri katılabilir.

4.2 Naturel zeytinyağı türleri

Naturel zeytinyağı, duyuşal, fiziksel ve kimyasal özelliklerine göre;

- Naturel sızma zeytinyağı,
- Naturel birinci zeytinyağı,

olmak üzere iki türe ayrılır.

4.3 Özellikler

4.3.1 Duyuşal ve fiziksel özellikler

Zeytinyağının duyuşal ve fiziksel özellikleri, Çizelge 1’de verilen değerlere uygun olmalıdır.

Çizelge 1 — Zeytinyağının duyuşal ve fiziksel özellikleri

Özellik	Değer
Tat ve koku	Naturel, Rafine ve Riviera zeytinyağları, kendine özgü tat ve koku içermelidir. Naturel sızma zeytinyağında acılaşıma, topraksı, küflü, ekşimsi gibi kusurlu koku ve tat bulunmamalıdır. Çeşnili zeytinyağında katılan çeşni maddesinin kendine has aroması hissedilmelidir.
Renk ve görünüş	Naturel zeytinyağı; koyu yeşilden açık sarı renge kadar değişebilen, kendine özgü renk ve görünüşte olmalıdır.
	Rafine ve Riviera zeytinyağları; açık sarıdan koyu sarıya kadar değişebilen renkte ve berrak görünüşte olmalıdır.
Yabancı madde	Bulunmamalıdır.
Not - Zeytinyağının lezzet özellikleri ve buna ilişkin muayene yöntemi isteğe bağlı olarak uygulanmak üzere EK B'de verilmiştir.	

4.3.2 Kimyasal özellikler

Zeytinyağının kimyasal özellikleri Çizelge 2'de verilen değerlere uygun olmalıdır.

Çizelge 2 — Zeytinyağının kimyasal özellikleri

Özellik	Değer			
	Naturel		Rafine	Riviera
	Sızma	Birinci		
Sabunlaşmayan madde, g/kg, en çok	15	15	15	15
Yağ asitleri bileşimi (toplam metil esterleri cinsinden), % (m/m)				
- Miristik asit (C14:0), en çok	0,03	0,03	0,03	0,03
- Palmitik asit (C16:0)	7,0-20,0	7,0-20,0	7,0-20,0	7,0-20,0
- Palmitoleik asit (C16:1)	0,3 – 3,5	0,3 – 3,5	0,3 – 3,5	0,3 – 3,5
- Heptadekanoik asit (Margarik) (C17:0), en çok	0,4	0,4	0,4	0,4
- Heptadesanoik asit (C17:1), en çok (Margoleik asit)	0,6	0,6	0,6	0,6
- Stearik asit (C18:0)	0,5 – 5,0	0,5 – 5,0	0,5 – 5,0	0,5 – 5,0
- Oleik asit (C18:1)	55,0 – 85,0	55,0 – 85,0	55,0 – 85,0	55,0 – 85,0
- Linoleik asit (C18:2)	2,5 – 21,0	2,5 – 21,0	2,5 – 21,0	2,5 – 21,0
- Linolenik asit (C18:3), en çok	1,0	1,0	1,0	1,0
- Araşidik asit (C20:0), en çok	0,6	0,6	0,6	0,6
- Gadoleik asit (Eykosenoik) (C20:1), en çok	0,5	0,5	0,5	0,5
- Behenik asit (C22:0), en çok	0,2	0,2	0,2	0,2
- Lignoserik asit (C24:0), en çok	0,2	0,2	0,03	0,2
Trans yağ asitleri (metil esterleri cinsinden), % (m/m)				
- Toplam transoleik izomerler C 18:1 T, en çok	0,05	0,05	0,20	0,20

- Toplam translinoleik + Translinoleik izomerler C 18:2T + C 18:3T, en çok	0,05	0,05	0,30	0,30
¹⁾ Gerçek ve teorik ECN 42 trigliserid içeriği arasındaki azami fark (Tohum Yağlarının Tespiti)	0,2	0,2	0,3	0,3
²⁾ 2-gliseryl monopalmitat miktarı				
- Toplam palmitik asit ≤ % 14 en çok	% 0,9	% 0,9	% 0,9	% 0,9
- Toplam palmitik asit > % 14 en çok	% 1,0	% 1,0	% 1,1	% 1,0
Sterol bileşimi (Toplam sterol cinsinden), % (m/m)				
- Kolesterol, en çok	0,5	0,5	0,5	0,5
- Brassikasterol, en çok	0,1	0,1	0,1	0,1
- ⁶⁾ Kampesterol, en çok	4,0	4,0	4,0	4,0
- Stigmasterol	Kampesterol değerinden küçük olmalıdır			
- ^{4).5))} Delta-7-stigmasterol, en çok	0,5	0,5	0,5	0,5
- Beta-sitosterol + delta-5 avenasterol + delta-5,23-stigmastadienol + klerosterol + sitostanol +delta 5,24-stigmastadienol, en az	93	93	93	93
- Eritrodiol + uvaol (toplam steroller içerisinde), % (m/m), en çok	4,5	4,5	4,5 ⁷⁾	4,5
- ⁴⁾ Toplam sterol, mg/kg, en az	1000	1000	1000	1000
³⁾ Stigmastadienler, mg/kg, en çok	0,05	0,05	Aranmaz	Aranmaz
Mumsu maddeler, mg/kg	(C42+C44+C46) ≤150	(C42+C44+C46) ≤150	(C40+C42+C44+C46) ≤350	(C40+C42+C44+C46) ≤350
Serbest asitlik (oleik asit cinsinden), % (m/m), en çok	0,8	2,0	0,3	1,0
Peroksit sayısı, milieşdeğer O ₂ /kg, en çok	20,0	20,0	5,0	15,0
UV ışığında özgül soğurma,				
- 232 nm'de, en çok	2,5	2,6	Aranmaz	Aranmaz
- ⁴⁾ 270 nm'de, en çok	0,22	0,25	1,25	1,15
- ⁴⁾ Delta E, en çok	0,01	0,01	0,16	0,15
Yağ Asidi Etil Esterleri (FAEE), (mg/kg), en çok	35	Aranmaz	Aranmaz	Aranmaz
Rutubet ve uçucu madde, % (m/m), en çok	0,2	0,2	0,1	0,1
Halojene çözücü, mg/kg, en çok	0,1	0,1	0,1	0,1
Halojene çözücülerin toplam konsantrasyonu, mg/kg, en çok	0,2	0,2	0,2	0,2
Sabun	Bulunmamalı			
Çözünmeyen safsızlıklar, % (m/m), en çok	0,1	0,1	0,05	0,05
²⁾ Tokoferol, mg/kg, en çok	Aranmaz		200	200
²⁾ Kurşun (Pb) mg/kg, en çok	0,1	0,1	0,1	0,1
¹⁾ Eş değer karbon sayısı 42 olan trigliserit				
²⁾ İhracatta aranmayabilir.				

- 3) Kapılar kolonda ayrılabilen ve ayrılamayan toplam izomerler
- 4) Yurt içinde üretilen yemeklik zeytinyağının klimatolojik ve agronomik koşullara göre özelliklerinde oluşabilecek değişiklikler, zeytinyağı komisyonu tarafından zeytin üretim bölgelerinden gelen izleme çalışmalarının değerlendirilmesi ile belirlenir. Özel hükümler ithalatta uygulanmaz.
- 5) $\square$ ECN 42 $\leq$ 0,1, Kampesterol $\leq$ %3,3, Toplam Beta-sitosterol / (Kampesterol + Delta-7-Stigmastenol) $\geq$ 25, Stigmasterol $\leq$ %1,4 şartlarının sağlanması durumunda Natürel Sızma ve Natürel Birinci Zeytinyağında Delta-7- stigmastenol limiti en çok % 0,8 olarak uygulanabilir.
- 6) Stigmasterol $\leq$ %1,4 ve Delta-7-Stigmastenol $\leq$ % 0,3 şartlarının sağlanması durumunda Natürel Sızma ve Natürel Birinci Zeytinyağında Kampesterol limiti en çok % 4,5 (hariç) olarak uygulanabilir.
- 7) Eritrodiol ve uvaol toplamı %4,5 ile %6 arasında olduğunda Eritrodiol içeriği $\leq$ 75 mg/kg olur.

4.4 Özellik, muayene ve deney madde numaraları

Zeytinyağının özellikleri ile bunların muayene ve deneylerine ait madde numaraları Çizelge 3'te verilmiştir.

Çizelge 3 — Özellik, muayene ve deney madde numaraları

Özellik	Özellik madde no	Muayene ve deney madde no
Ambalaj muayenesi	6.1	5.2.2
Duyusal ve fiziksel özellikler muayenesi	4.3.1	5.2.1
Sabunlaşmayan madde tayini	4.3.2	5.3.2
Yağ asitleri bileşimi tayini	4.3.2	5.3.3
Trans yağ asitleri tayini	4.3.2	5.3.4
2-Gliseril monopalmitat tayini	4.3.2	5.3.5
Steroller	4.3.2	5.3.6
Gerçek ve teorik ECN 42 trigliserid içeriği arasındaki farkın tayini	4.3.2	5.3.7
Serbest asitlik tayini	4.3.2	5.3.8
Peroksit sayısı	4.3.2	5.3.9
UV ışığında özgül soğurma tayini	4.3.2	5.3.10
Rutubet ve uçucu madde tayini	4.3.2	5.3.11
Çözünmeyen safsızlıklar tayini	4.3.2	5.3.12
Sabun tayini	4.3.2	5.3.13
Tokoferol tayini	4.3.2	5.3.14
Kurşun tayini	4.3.2	5.3.15
Stigmastadien tayini	4.3.2	5.3.16
Mumsu maddeler, yağ asidi etil ve metil esterleri tayini	4.3.2	5.3.17
Uçucu halojene çözücüler tayini	4.3.2	5.3.18

5 Numune alma, muayene ve deneyler

5.1 Numune alma

Ambalajı, hacmi, sınıfı, türü, parti veya seri kod numarası aynı olan ve bir seferde muayeneye sunulan zeytinyağı bir parti sayılır. Partiden numune TS 7060 EN ISO 5555'e göre alınır.

5.2 Muayeneler

5.2.1 Duyusal ve fiziksel muayene

Zeytinyağının renk, görünüş ve berraklığı oda sıcaklığında bakılarak, tadı ve kokusu ise tadılarak ve koklanarak muayene edilir ve sonucun Madde 4.3.1'e uygun olup olmadığına bakılır.

5.2.2 Ambalaj muayenesi

Ambalaj muayenesi gözle ve elle incelenerek, tartılarak ve gerekirse ölçülerek yapılır. Sonucun Madde 6.1'e ve Madde 6.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3 Deneyler

Deneylerde TS EN ISO 3696'ya uygun damıtık su veya buna eş değer saflıktaki su kullanılmalıdır. Kullanılan reaktiflerin tümü analitik saflıkta olmalı, ayarlı çözeltiler TS 545'e, belirteç çözeltiler TS 2104'e göre hazırlanmalıdır.

5.3.1 Analiz için deney numunesinin hazırlanması

Analiz numunesi TS EN ISO 661'e göre hazırlanır.

5.3.2 Sabunlaşmayan madde tayini

Sabunlaşmayan madde tayini, TS 4963'e göre yapılır ve sonucun Madde 4.3.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3.3 Yağ asitleri bileşimi tayini

Yağ asitleri bileşimi tayini, TS EN ISO 12966-1 ve TS EN ISO 12966-2'ye göre hazırlanan numunelerde TS EN ISO 12966-4'e göre yapılır ve sonucun Madde 4.2.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3.4 Trans yağ asitleri tayini

Trans yağ asitleri tayini, TS EN ISO 12966-4'e göre yapılır ve sonucun Madde 4.3.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3.5 Gliseril monopalmitat tayini

5.3.5.1 Prensip

Yağ numunesi hazırlandıktan sonra, pankreatik lipaz etkisiyle gerçekleşen 1- ve 3- konumundaki trigliserit moleküllerinin kısmi ve spesifik hidrolizlenmesi sonucu görünür durumdaki 2 pozisyonlu mono gliseritler ayrılır. 2-gliserit mono palmitat elde edildikten sonra kapiller kolonlu gaz kromatografi ile monogliserit fraksiyonu içindeki 2-gliseril monopalmitat yüzdesinin silindirililmesi sonucunda tayin edilir.

5.3.5.2 Cihaz ve malzemeler

- 25 mL'lik erlen,
- 100 mL, 250 mL ve 300 mL'lik beherler,
- İç çapı 21 mm-23 mm, uzunluğu 400 mm olan, musluklu kromatografik cam kolon,
- 10 mL, 50 mL, 100 mL ve 200 mL'lik dereceli silindirler,
- 100 mL ve 250 mL'lik balonlar,
- Vakumlu döner buharlaştırıcı

- 10 mL'lik, konik dipli, kapaklı cam santrifüj tüpleri,
- 10 mL ve 100 mL'lik tüpler için santrifüj cihazı,
- 40 °C $\pm$ 0,5 °C'a ayarlanabilen su banyosu,
- 1 mL ve 2 mL'lik dereceli pipetler,
- 1 mL'lik plastik enjektör (tıbbi enjektör),
- 100 µL'lik mikro enjektör,
- 1000 mL'lik ayırma hunisi,
- Kolona doğrudan enjeksiyon sistemi, $\pm$ 1 °C hassasiyetli termostat kontrollü fırın ile donanımlı kapiler kolonla çalışmaya uygun gaz kromatografi cihazı,
- Kolonun içine doğrudan giriş için soğuk enjektör,
- Alev iyonizasyon detektörü,
- PC ile bağlantılı gaz kromatografi verilerini saklayabilecek bilgisayar sistemi ve yazıcı,
- Uzunluğu 8 m -12 m, iç çapı 0,25 mm -0,32 mm, film kalınlığı 0,10 µm – 0,30 µm olan cam ya da eritilmiş silisten metilpolisiloksan ya da % 5 fenil metilpolisiloksan ile kaplanmış, 370 °C sıcaklıkta kullanıma uygun kapiler kolon,
- En az 7,5 cm uzunluğunda sertleştirilmiş iğnesi olan enjeksiyon sisteminde kullanıma uygun 10 µL'lik enjektör,
- 500 mg silikajel içeren SPE kartuş.

5.3.5.3 Reaktifler

Tanecik boyutu 0,063 mm – 0,200 mm olan (70/280 göz açıklığı) Silika jel

Hazırlanışı: 160 °C'luk etüvde 4 saat kurutulur, desikatörde oda sıcaklığına soğutulur. % 5 oranında su eklenir (152 g silika jel + 8 g saf su) ağzı kapatılıp dikkatlice homojenize edilir. Kullanmadan en az 12 saat önce hazırlanmalıdır.

- Kromatografik saflıkta n-hekzan,
- İzopropanol,
- İzopropanolun 1:1 lik (v/v) sulu çözeltisi,
- Lipaz aktivitesi 2.0–10 mg/birim olan pankreatik lipaz enzimi,
- pH'sı 1:1 seyreltilmiş HCl çözeltisi ile 8'e ayarlanmış 1 M'lık tris(hidroksimetil)aminometanın sulu tampon çözeltisi,
- Enzimatik saflıkta % 0,1'lik sodyum kolat çözeltisi. Bu çözelti hazırlandıktan sonra 2 hafta içinde kullanılmalıdır.
- % 22'lik sulu kalsiyum klorür çözeltisi,
- Kromatografik saflıkta dietil eter,
- Taşıma çözeltisi; n-hekzan:dietil eter (87:13, v/v)
- % 12'lik (m/m) Sodyum hidroksit çözeltisi,
- Fenolftalein (% 1'lik etanollü çözeltisi),
- Taşıyıcı gazlar: kromatografik saflıkta hidrojen veya helyum,

- Yardımcı gazlar:
 - Kromatografik saflıkta hidrojen,
 - Kromatografik saflıkta kuru hava,
- 9:3:1 (v/v/v) oranında piridin/heksametil disilazan/trimetil klorosilan karışımından oluşan silillendirme reaktifi. Piyasada kullanıma hazır silillendirme reaktifi bulunmaktadır (örneğin, bis-trimetilsilil, triflor asetamid + % 1 trimetil klorosilan). Bunlar kullanıldığında eşit miktarda susuz piridin ilave edilir.
- Referans numune: saf monogliseritler ve buna benzer karışımdaki yüzde bileşimi bilinen numuneler

5.3.5.4 İşlem

5.3.5.4.1 Numunenin hazırlanması

Numunenin serbest yağ asitliği oleik asit cinsinden % 3'ün altındaysa silika jel kolondan önce nötrleştirme işlemine gerek yoktur. % 3'ün üzerinde ise aşağıdaki işlem uygulanır; 1000 mL'lik ayırma hunisine 50 g numune eklenir ve 200 mL n-hekzanda çözünür. 100 mL propan-2-ol ve yağın serbest asitliğinin % 5 fazlası olacak şekilde % 12'lik NaOH çözeltisi eklenir. 1 dakika kuvvetlice çalkalanır. 100 mL saf su ilave edilerek tekrar çalkalanır. Faz ayrımı beklenir. Altta bulunan sabun fazı uzaklaştırıldıktan sonra tekrar oluşan çözünmeyen safsızlıklar da uzaklaştırılır. Hekzan fazı fenoltalein ile pembe renk vermeyinceye kadar 50 mL – 60 mL propan-2-ol/su karışımı ile birkaç kez yıkanır. Hekzan, tamamen uzaklaşana kadar vakumlu döner buharlaştırıcıda uçurulur. Bu uygulamanın sonunda yağın serbest asitliği % 0,5'in altına düşer.

Yukarıda bahsedilen şekilde hazırlanan yağ numunesinden 1g 25 mL'lik erlene tartılır. 10 mL taşıma çözeltisi içinde çözünür. Kolon kromatografisinden önce en az 15 dakika bekletilir. Çözelti bulanıksa santrifüj edilir. Bu şarta uygun kromatografi kolonu temin edilir (500 mg silika jel içeren SPE kartuşlar kullanılabilir).

5.3.5.4.2 Kolonun hazırlanması

Kolonun dibine cam pipetle bir parça cam yünü oturtulur. Kolona yaklaşık 30 mL taşıma çözeltisi eklenir. Havayı uzaklaştırmak için basılır.

Bir beherde 80 mL taşıma çözeltisi içinde 25 g silika jel ile süspansiyon hazırlanır. Huni yardımıyla kolona aktarılır. Bütün silikanın kolona aktarılması için taşıma çözeltisi ile defalarca yıkanır ve kolona eklenir. Musluk açılarak çözücü seviyesi silika jelin 2 mm üstüne gelinceye kadar akıtılır.

5.3.5.4.3 Kolon kromatografisi

25 mL'lik erlende hassas olarak tartılan 1,0 g yağ numunesi 10 mL taşıma çözeltisi içinde çözülür ve hazırlanan kolona aktarılır. Musluk açılır, numune silika jel seviyesine gelene kadar akıtılır. 150 mL taşıma çözeltisi ile taşınır. Debi 2 mL/dakika'ya ayarlanır. Böylece numune ortalama (60-70) dakikada kolondan geçer. Toplanan çözelti tartımı alınmış 250 mL'lik balona aktarılır. Vakumlu döner buharlaştırıcıda çözücü uçurulur. Son kalıntılar da azot gazı altında uçurulur. Balon tartılır ve geri alınan miktar hesaplanır.

Kullanıma hazır SPE kartuşlar kullanıldıysa, kartuşa 3 mL n-hekzan ve 1 mL taşıma çözeltisi eklenir. Çözelti geçirildikten sonra 4 mL taşıma çözeltisi [n-hekzan:dietil eter/9:1 (v/v)] ile yıkanır. Toplanan çözelti 10 mL'lik tüpe alınarak azot gazı altında uçurulur. Kuru kalıntı pankreatik lipaz ile parçalanır. SPE'den önce ve sonra numunenin yağ asidi bileşiminin kontrol edilmesi gerekir.

5.3.5.4.4 Pankreatik lipaz ile hidroliz

Santrifüj tüpüne hazırlanan numuneden 0,1 g tartılır. Her bir eklemeden sonra iyi bir şekilde karıştırılarak 2 mL tampon çözelti, 0,5 mL sodyum kolat çözeltisi ve 0,2 mL kalsiyum klorür çözeltisi sırasıyla eklenir. Tüpün ağzı kapatılır ve 40 °C ± 0,5 °C su banyosunda tutulur. 20 mg lipaz eklenir.

Dikkatlice karıştırılır. Kapağın ıslanmaması gerekir. Su banyosunda tam olarak 2 dakika tutulur. Sonra kuvvetlice 1 dakika çalkalanır ve soğutulur.

1 mL dietil eter eklenir, kapağı kapatılıp kuvvetlice çalkalanır, ardından santrifüjlenir. Eter fazı temiz kuru bir tüpe mikro enjektörle alınır.

5.3.5.4.5 Silil türevlerinin hazırlanması ve gaz kromatografisi

Yukarıda hazırlanan çözeltiden 100 µL mikro enjektör yardımıyla 10 mL'lik konik dipli bir tüpe alınır.

Çözücü hafif azot akımında uçurulur, 200 µL silillendirme reaktifinden eklenir. Kapağı kapatılır ve ayrılması için 20 dakika bekletilir. 20 dakikanın sonunda kromatografi koşullarına göre 1 mL - 5 mL n-hekzan eklenir. Elde edilen çözelti gaz kromatografisi için hazırdır.

5.3.5.4.6 Gaz kromatografisi çalışma şartları

- Enjektör sıcaklığı çözücünün kaynama noktasının altında olmalıdır (68°C).
- Dedektör sıcaklığı 350 °C olmalıdır.
- Fırın sıcaklığı: 60 °C başlangıç sıcaklığında 1 dakika bekletildikten sonra 15 °C/dakika sıcaklık artışı ile 180 °C'a çıkarılır. Daha sonra 5 °C/dakika sıcaklık artışı ile 340 °C'a çıkarılır ve 13 dakika bekletilir.
- Taşıyıcı gaz: Hidrojen ya da helyum kullanılmalıdır.

Alıkonulma süresi trigliseritlerin C54 piki (40 ± 5) dakikada çıkacak şekilde ayarlanmalıdır. (2-gliseril monopalmitat pikinin yüksekliği tüm skalanın en az % 10'u kadar olmalıdır.)

- Enjeksiyon miktarı: (0,5-1) µL numunenin 5 ml n-hekzandaki çözeltisi

5.3.5.4.7 Piklerin tanımlanması

Pik tanımlaması, alıkonulma süresi bilinen monogliserit karışımının aynı şartlarda analiz edilmesiyle elde edilen tanımlanmış piklerle yapılır.

5.3.5.4.8 Miktarın hesaplanması

Bilgisayar programı yardımı ile pik alanları hesaplanır.

5.3.5.5 Sonuçların gösterilmesi

2-Gliseril monopalmitatın yüzdesi, ilgili pik alanının toplam pik alanına oranından aşağıdaki şekilde hesaplanır:

$$\% \text{ 2 - Gliseril monopalmitat} = 100 \times \frac{A_x}{\sum A}$$

Burada;

A_x : Gliseril monopalmitat pikinin alanı

$\sum A$: Monogliserit piklerinin toplam alanıdır.

Sonuçlar bir ondalık olarak gösterilir. Sonucun Madde 4.3.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3.6 Sterollerin tayini

Sterollerin tayini, TS EN ISO 12228-2'ye göre yapılır ve sonucun Madde 4.3.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3.7 Gerçek ve teorik ECN 42 trigliserid içeriği arasındaki farkın tayini

Gerçek ve teorik ECN 42 trigliserid içeriği arasındaki farkın tayini, TS 342'ye göre yapılır ve sonucun Madde 4.3.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3.8 Serbest asitlik tayini

Serbest asitlik tayini, TS 342'ye göre yapılır ve sonucun Madde 4.3.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3.9 Peroksit sayısı tayini

Peroksit sayısı tayini, TS EN ISO 3960'a göre yapılır ve sonucun Madde 4.3.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3.10 UV ışığında özgül soğurma tayini

UV ışığında özgül soğurma tayini, TS EN ISO 3656'ya göre veya Delta E hesaplamasının da yer aldığı aşağıdaki yöntemle yapılır ve sonucun Madde 4.3.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3.10.1 Cihaz ve malzemeler

- Spektrofotometre (220-360 nm arasındaki dalga boylarında okuma yapabilen),
- Kuvartz küvetler (Kapakları ile birlikte 1 cm'lik ışık yoluna sahip ve su veya kromatografik saflıkta uygun başka bir çözücü ile doldurulduğunda soğurma değerleri arasındaki fark 0,01'den büyük olmayan),
- 25 mL'lik ölçülü balonlar,
- 45 cm uzunluğunda ve 35 mm çapında 10 mm'lik musluk çapına sahip kromatografik kolon.

5.3.10.2 Reaktifler

- Spektrofotometrik saflıkta izo-oktan (2.2.4-trimetilpentan) (Saf suya karşı spektrofotometrede 220 nm'de % 60'tan, 250 nm'de % 95'ten az olmayacak bir geçirgenliğe sahip) veya
- Spektrofotometrik saflıkta sikloheksan (Saf suya karşı spektrofotometrede 220 nm'de % 40'tan, 250 nm'de % 95'ten az olmayacak bir geçirgenliğe sahip),
- Bazik alüminyum oksit,
- Kromatografik saflıktaki n-hekzan.

5.3.10.3 İşlem

Numune homojen olmalı ve herhangi bir safsızlık içermemelidir. Ortam sıcaklığında sıvı olan yağlar yaklaşık 30 °C'ta süzgeç kâğıdından süzülmalıdır.

Yaklaşık 0,25 g numune hassas bir şekilde 25 mL'lik balon jojeye tartılır. Belirtilen çözücü ile 25 mL'ye tamamlanır ve homojenize edilir. Elde edilen çözelti tamamen berrak olmalıdır. Çözeltide opaklık veya bulanıklık varsa, tekrar filtre edilmelidir.

Elde edilen bu çözelti küvete doldurulur ve yağ içeren bu çözeltinin soğurmaları spektrofotometrede 232-276 nm arasında uygun dalga boylarında saf çözücüye karşı ölçülür.

Ölçülen özgül soğurma değerleri 0,1-0,8 aralığında olmalıdır. Aksi takdirde, daha derişik veya daha seyreltik çözeltiler kullanılarak ölçümlerin mutlaka tekrarlanması gerekir.

Numunenin bazik alüminyum oksit kolonundan geçirilmesi gerekiyorsa (naturel zeytinyağlarında saptanan özgül soğurma değeri sınır değerin üzerinde ise), numunede özgül soğurmanın belirlenmesi için aşağıdaki işlemler uygulanır.

Hekzan içinde hazırlanan 30 g bazik alüminyum oksit kromatografi kolonuna boşaltılır. Bazik alüminyum oksit kolonun içerisinde çökeldikten sonra, hekzan fazı alüminyum oksit fazının 1 cm üzerinde olacak şekilde alttaki musluk yardımıyla ayarlanır.

5.3.10.4 Sonuçların gösterilmesi

Çeşitli dalga boylarında aşağıdaki eşitlikle hesaplanan özgül soğurmalar (soğurma katsayıları) kaydedilir:

$$K_{\lambda} = \frac{E_{\lambda}}{c \times s}$$

Burada;

- K_{λ} : λ dalga boyundaki özgül soğurma,
 E_{λ} : λ dalga boyunda ölçülen soğurma,
 c : Yağ çözeltisinin konsantrasyonu (g/100 mL),
 s : Kuvartz küvetin kalınlığıdır (cm).

ΔK aşağıdaki eşitlikle hesaplanır:

$$\Delta K = K_m - \frac{K_{m-4} + K_{m+4}}{2}$$

Burada K_m ; m dalga boyunda özgül soğurmadır.

Not - En yüksek özgül soğurma (K_m) için; izo-oktan kullanılıyorsa 268 nm'de, siklo-hekzan kullanılıyorsa 270 nm'de ölçüm yapılmalıdır. ΔE hesaplanmasında ΔK ve diğer K sembolleri E olarak alınacaktır.

Sonuçlar iki ondalıklı olarak ifade edilmelidir. Sonucun Madde 4.3.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3.11 Rutubet ve uçucu madde tayini

Rutubet ve uçucu madde tayini, TS EN ISO 662'ye göre yapılır ve sonucun Madde 4.3.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3.12 Çözünmeyen safsızlıklar tayini

Çözünmeyen safsızlıklar tayini, TS EN ISO 663'e göre yapılır ve sonucun Madde 4.3.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3.13 Sabun tayini

Sabun tayini, TS 5038'e göre yapılır ve sonucun Madde 4.3.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3.14 Tokoferol tayini

Tokoferol tayini, TS 5036'ya göre yapılır ve sonucun Madde 4.3.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3.15 Kurşun tayini

Kurşun tayini TS EN ISO 12193'e göre yapılır ve sonucun Madde 4.3.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3.16 Stigmastadien tayini

Stigmastadien tayini, TS EN ISO 15788-1'e göre yapılır ve sonucun Madde 4.3.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3.17 Mumsu maddeler, yağ asidi etil ve metil esterleri tayini

5.3.17.1 Prensip

Analiz, yağa uygun bir iç standart ilavesi ve silikajel kolonda kromatografik olarak ayrılmasına dayanmaktadır. Deney koşullarında (trigliseridlerden daha düşük polaritede olanlar) ayrılan maddeler doğrudan kapiler gaz kromatografisiyle analiz edilir.

5.3.17.2 Cihaz ve Malzemeler

- 25 mL erlenmayer,
- Sıvı kromatografi için cam kolon. İç çapı 15 mm, uzunluğu 30 cm - 40 cm, uygun bir musluk takılmış,
- Doğrudan kolon üzerinden enjeksiyona olanak tanıyan bir sistemle donatılmış kapiler kolon için uygun bir gaz kromatografisi,
- Termostat kontrollü sıcaklık programı,
- Doğrudan kolon üzerinden enjeksiyon için soğuk enjektör,
- Alev iyonizasyon dedektörü ve çevrimci-kuvvetlendirici,
- Yazıcı-hesaplayıcı¹⁾: 1 s ve a değişken kağıt hızından daha fazla olmayan tepki süresi ve çevrimci-kuvvetlendirici ile birlikte kullanım için,
- Silika kaplanmış kapiler kolon (mumsu maddeler, metil ve etil ester analizleri için). Uzunluk (8-12) m, iç çap (0,25 – 0,32) mm, içten sıvı faz ile kaplanmış olarak²⁾. 10 µm - 30 µm düzgün kalınlıkta,
- Mikroşırınga. 10 µL, doğrudan kolon üzeri enjeksiyon için sertleştirilmiş iğnesi olan,
- Elektrikli çalkar,
- Döner buharlaştırıcı,
- Kül fırını,
- Analitik terazi, $\pm 0,1$ mg duyarlılıkta,
- Diğer laboratuvar cam malzemeleri.

5.3.17.3 Reaktifler

- Silika jel, 60 µm - 200 µm meşlik. Silika jel kül fırınına yerleştirilir ve en az dört saat boyunca 500 °C'ta tutulur. Soğutulduktan sonra kullanılan miktara göre % 2 su ilave edilir. Homojen bir karışım elde edilinceye kadar dikkatle karıştırılır, kullanmadan önce en az 12 saat boyunca desikatörde tutulur.
- Kromatografik ya da kalıntı kalitesi düzeyinde (Saflik kontrol edilmiş olmalıdır),
- Etil eter, kromatografik derecede,
- n-Heptan, kromatografik derecede ya da iso-oktan,
- Lauril araşidat standart çözeltisi³⁾, mumsu maddelerin iç standard olarak heptan içindeki % 0,05 (m/V)
- Metil heptadekonat standart çözeltisi, metil ve etil esterlerinin iç standardı olarak % 0,02 (m/V) Sudan 1 (1-Fenilazo-2-Naftol),
- Taşıyıcı gaz. Hidrojen ya da helyum. Saf, gaz kromatografik derecede,
- Taşıyıcı gaz. Hidrojen ya da hava. Saf, gaz kromatografik derecede.

1) Gaz kromatografi verilerinin PC'ye aktarılmasıyla bilgisayar sistemleri de kullanılabilir.

2) SE52, SE54, vb gibi amaca uygun ticari sıvı fazlar bulunmaktadır.

3) Palmitil palmitat, miristil stearat ya da araşidil laurat da kullanılabilir.

5.3.17.4 İşlemler

5.3.17.4.1 Kromatografi kolonunun hazırlanması

n-Hekzan içinde askıda duran 15 g silikajel tanıtılan kolonun içine aktarılır ve bir süre kendi hâline bırakılır. Daha sonra elektrikli çalkar yardımıyla daha homojen bir kromatografik yatak elde edilir. 30 ml n-hekzan olabilecek safsızlıkları almak amacıyla kolondan geçirilir. Analitik terazi ile tam olarak 500 mg örnek 25 mL'lik balon içine tartılır ve üzerine beklenen mumsu madde miktarına bağlı olarak (zeytinyağının durumuna göre 0,1 mg loril araşidat, 0,05 mg metil heptadekanat) yeterli miktarda iç standart ilave edilir.

Hazırlanan örnek 2 mL n-hekzan yardımıyla kromatografi kolonuna aktarılır. Çözücünün, absorbansın 1 mm üzerine kadar akışına izin verilir. 10 saniyede 15 damla akış oranı ayarlanarak kolondan n-hekzan/etil eter karışımı geçirilerek 220 mL süzüntü toplanır (Bu kısım metil ve etil esterleri ile mumsu madde içerir).

Not - n-Hekzan/etil eter (99:1) karışımı günlük olarak hazırlanmalıdır.

Mumsu maddelerin tam olarak ayrıldığını görebilmek amacıyla yıkama karışımına 100 µL Sudan I boyası katılabilir. Boyanın alıkonulma süresi mumsu maddeler ile trigliserollerin arasındadır. Bu nedenle boya kolonun altına kadar geldiğinde bütün mumsu maddenin süzüldüğü anlaşılır.

Bütün çözücünün hemen hemen tamamı alınıncaya kadar süzüntü döner buharlaştırıcıda buharlaştırılır. Kalan son 2 mL de zayıf azot akımıyla alınır. Metil ve etil esterlerinden oluşan kalıntı, 2 mL - 4 mL kadar n-heptan ya da izo-oktan ile seyreltilir.

5.3.17.4.2 Gaz kromatografi analizi

5.3.17.4.2.1 Ön işlemler

Kolon girişi kolon üstü sistemine, çıkışı da dedektöre olacak biçimde gaz kromatografisine takılır. Gaz kromatografisinin düzenekleri kontrol edilir (Gaz tutucusunun işlerliği, dedektör ve yazıcıların etkinliği vb.)

Mumsu maddeler, metil ve etil esterler için çalışma koşulları seçilir.

Çalışma koşulları genel olarak aşağıdaki gibidir:

	20°C/dakika	5°C/dakika
Kolon sıcaklığı	80 °C başlangıç (1 dakika)	-----→ 140 °C -----→ 335 °C (20 dakika)

Dedektör sıcaklığı : 350 °C

Enjeksiyon hacmi: 1µL n-heptan çözeltisi (2 mL - 4 mL)

Taşıyıcı gaz : En uygun düzgün hızda helyum ya da hidrojen

Not - Analiz sonunda yüksek sıcaklıklara ulaşıldığından pozitif sürüklenmeye izin verilebilir; ancak bu durum, toplam değerin % 10'unu geçemez.

Bu koşullar, mumsu maddelerin, yağ asitleri metil ve etil esterleri ile alıkonulma süresi (18 ± 3) dakika olan loril araşidat iç standardının çok iyi bir şekilde ayrıldığı yeterli pikler elde edilebilmesi için kolon ve gaz kromatografisinin özelliklerine bağlı olarak değiştirilebilir. Genelde, metil ve etil esterleri iç standardı metil heptadekonat piki tam olarak elde edildiğinde mumsu maddelere ait piklerin de % 60 oranında görülebilmesi gerekmektedir. Pik entegrasyon parametreleri, pik alanlarından istenilen doğru değerlendirmenin yapılabilmesi amacıyla, değişik biçimlerde hesaplanabilir.

5.3.17.4.3 Analizin performansı

10 µL'lik mikro şırınga ile 10 µL çözelti alınır, iğne kısmı tamamen boşalınca kadar piston geri çekilir. Şırınga enjeksiyon bölümüne yerleştirilir, (1-2) saniye içinde enjeksiyon yapılır, 5 saniye kadar beklenip şırınga yavaşça dışarı çekilir.

Analizi yapılan kısımlara bağlı olarak, mumsu maddelerin ya da stigmadienlerin tamamı alınınca kadar kayıtlar sürdürülür.

Temel çizgi her zaman istenen koşulları karşılamalıdır.

5.3.17.4.4 Piklerin belirlenmesi

Aynı koşullarda bilinen maddelerin alıkonulma süreleri ile mumsu madde karışımlarının alıkonulma sürelerinin karşılaştırılmasıyla pikler belirlenir. Zeytinyağının ana yağ asitleri (palmitik ve oleik) metil ve etil esterleri karışımından alkil esterleri belirlenir.

5.3.17.5 Mumsu madde miktarının analizi

Bir hesaplayıcı yardımıyla, loril araşidat iç standardı ile C40-C46 alifatik esterleriyle ilgili pikler hesaplanır. Aşağıdaki eşitlik ile toplam mumsu maddeleri oluşturan tüm mumsu maddeler tek tek hesaplanır:

$$\text{Mumsu maddeler (mg/kg)} = \frac{(\sum A_x) \times m_s \times 1000}{A_s \times m}$$

Burada;

A_x : Her bir ester pikinin bilgisayarda bulunan pik alanı,

A_s : İç standart loril araşidatın pik alanı,

m_s : İç standart olarak ilave edilen loril araşidat miktarı (mg),

m : Alınan örnek miktarıdır (g).

5.3.17.6 Metil ve etil esteri miktarlarının analizi

Metil heptadekonat iç standardı ile C16-C18 yağ asitleri metil ve etil esterleriyle ilgili pikler hesaplanır. Aşağıdaki eşitlik ile toplam mumsu maddeleri oluşturan tüm mumsu maddeler tek tek hesaplanır:

$$\text{Ester (mg/kg)} = \frac{A_x \times m_s \times 1000}{A_s \times m}$$

Burada;

A_x : C16 ve C18 esterlerinin ayrı ayrı pik alanı,

A_s : İç standart olarak ilave edilen metil heptadekanatın pik alanı,

m_s : İç standart olarak ilave edilen metil heptadekanat'ın kütlesi (mg),

m : Analiz için alınan örnek miktarıdır (g).

5.3.17.7 Sonuçların gösterilmesi

C40'dan C46'ya kadar değişik mumsu maddelerin miktarları yağın her kilogramı için miligram olarak rapora yazılır. Rapora, C16'dan C18'e kadar metil ve etil esterlerinin miktarları ve her ikisinin toplamı yazılır. Sonuçlar en yakın mg/kg'a yuvarlanabilir. Etil ve metil esterleri arasındaki oran belirlenir. Sonucun Madde 4.3.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.3.18 Uçucu halojene çözücülerin tayini

5.3.18.1 Cihaz ve malzemeler

- Elektron yakalama detektörlü (ECD) gaz kromatografi cihazı,
- Head space cihazı,
- Kapiler kolon, uzunluğu 25-50 m iç çapı 0,25-0,35 mm (SE 52/54 veya eşdeğeri),
- Taşıyıcı ve yardımcı gaz: Kromatografik saflıkta azot,
- 10-15 mL'lik cam balon, teflon kaplanmış ve enjektör girişine uygun alüminyum tıpa,
- Hermetik mühürleme aleti,
- 0,5-2 mL'lik enjektör,
- 20 mL'lik HS vialleri,
- 1µL ve 5µL'lik enjektör,
- 40 µL'lik pipet veya enjektör.

5.3.18.2 Reaktifler

- Kromatografik saflıkta halojene çözücü standartları: tetra kloretilen, kloroform, karbon tetra klorür, dikloretilen, diklormetan, 1,2 dikloretan'dır.
- Standart çözeltilerin hazırlanışı; Belirli miktarlarda (1-2 g) alınan halojen standartları 100mL balon joje içinde karışım standardı olarak DMA (dimetilamin) ile 1/20 ve 1/100'lük seyreltilerek analize uygun stok konsantrasyonlar elde edilir. Kalibrasyon eğrisini çizmek için halojen içermeyen 2 g rafine zeytinyağı (kör) üzerine konsantrasyonları 0,05-0,1-0,2 ppm olacak şekilde stok halojen standartlar eklenir. Cihaza tek tek enjekte edilen ve göreceli alıkonma zamanları tespit edilmiş halojen bileşiklerin konsantrasyonları yardımıyla numunede bulunan pikler tespit edilir.

5.3.18.3 İşlem

- Cam balona yaklaşık 2 g yağ tartılır ve hermetik olarak kapatılır. 70 °C'da 1 saat ısıtılır. Bir enjektör kullanılarak 0,2-0,5 mL dikkatlice head space'e verilir. Gaz kromatografi cihazı aşağıdaki koşullara ayarlanır:
- Enjektör sıcaklığı: 150 °C
- Fırın sıcaklığı : 65 °C'da 8 dakika bekletilir ve daha sonra 3 °C /dakika hızla 85 °C'ye getirilir.
- Detektör sıcaklığı: 350 °C(Sıcaklıklar, elde edilen sonuçlara göre ayarlanabilir.)
- Refereans çözelti: Rafine zeytinyağı, kalıntı bulunmayan çözücü ile 0,05-1ppm konsantrasyonunda (numunede tahmin edilen kalıntı dikkate alınarak) hazırlanır.

5.3.18.4 Kantitatif değerlendirme

Numunedeki pik yüksekliği, standart çözeltideki pik yüksekliği ile karşılaştırılır. Eğer sapma %10'dan büyükse standart sapma %10'u geçmeyecek şekilde standart yeniden hazırlanarak tekrar numune enjekte edilmeli ve ortalaması alınmalıdır.

5.3.18.5 Sonuçların gösterilmesi

Halojene çözücülerin toplamı ppm(mg/kg) olarak ifade edilir. Bu metodun tespit limiti; 0,01mg/kg'dır.

Sonuç iki ondalık olarak gösterilir. Sonucun Madde 4.3.2'ye uygun olup olmadığına bakılır.

5.4 Değerlendirme

Madde 5.1'e göre alınan numuneler üzerinde bu standart kapsamında bulunan muayene ve deneylerin sonuçları standarda uygunsa parti standarda uygun sayılır.

5.5 Muayene ve deney raporu

Muayene ve deney raporunda en az aşağıdaki bilgiler bulunmalıdır:

- Firmanın adı ve adresi,
- Muayenenin yapıldığı yerin adı,
- Muayeneyi yapanın ve/veya raporu imzalayan yetkililerin adları, görev ve meslekleri,
- Numunenin alındığı tarih ile muayene tarihi,
- Numunenin tanıtılması,
- Muayenede uygulanan standartların numaraları,
- Sonuçların değerlendirilmesi,
- Muayene sonuçlarını değiştirebilecek faktörlerin mahsurlarını gidermek üzere alınan tedbirler,
- Uygulanan muayene metotlarında belirtilmeyen veya mecburi görülmeyen, fakat muayenede yer almış olan işlemler,
- Numunenin standarda uygun olup olmadığı,
- Rapora ait seri numarası ve tarih, her sayfanın numarası ve toplam sayfa sayısı.

6 Piyasaya arz

6.1 Ambalajlama

Yemeklik zeytinyağı mevzuatına uygun ambalajlarda piyasaya arz edilir.

6.2 İşaretleme

Yemeklik zeytinyağların piyasaya arz edildiği ambalajların üzerine en az aşağıdaki bilgiler, silinmeyecek ve bozulmayacak şekilde etiket hâlinde veya baskı (litograf) olarak bulunmalı, ayrıca bu kapların içinde bulunduğu büyük ambalajların üzerine okunabilecek ve silinmeyecek şekilde aynı bilgiler yazılmalıdır:

- İmalatçı, ihracatçı, imalatçı-ihracatçı, ithalatçı firmalardan en az birinin ticari unvanı veya kısa adı ve adresi, varsa tescilli markası, (sadece ithalatçı firmanın ticari unvanı veya kısa adının yazılması durumunda, ambalaj üzerine “Türk Malı” ifadesi eklenmelidir,
- Bu standardın işaret ve numarası (TS 341 şeklinde, ihracatta isteğe bağlıdır),
- Mamulün adı,
- Sınıfı,
- Türü,
- Parti kod numarası ile seri veya kod numaralarından en az biri (5 L’den büyük ve dış ambalajlarda parti numarası zorunludur),
- Net dolum hacmi ve/veya net kütlesi (en az mL, L, g veya kg olarak) (ihracatta sadece o ülkede geçerli ölçü birimi yazılabilir),
- Varsa katkı maddelerinin adı ve içeriği (Natürel sızma yağı hariç),
- Firmaca tavsiye edilen son tüketim tarihi,

- Çeşni maddesi eklenmişse, çeşni maddesinin adı (örneğin, kekikli naturel sızma zeytinyağı)

Not – İhracatta parti, seri veya kod numaralarından birinin yazılması, 5 L dâhil iç ambalajlar için isteğe bağlıdır.

Naturel zeytinyağları hariç zeytinyağı ambalajlarına yöresel menşei adı yazılmamalıdır.

Gerektiğinde bu bilgiler ithalatçı ülkenin istediği yabancı dillerde de yazılabilir.

Not: Zeytinyağı türlerinin bazı yabancı dillerdeki karşılıkları Ek A'da verilmiştir.

7 Çeşitli hükümler

İmalatçı veya satıcı bu standarda uygun olarak imal edildiğini beyan ettiği zeytinyağı için istendiğinde standarda uygunluk beyannamesi vermek veya göstermek zorundadır. Zeytinyağı, hiçbir bitkisel ya da hayvansal yağ ile karıştırılamaz. Bu beyannamede satış konusu mamulün;

- Madde 4'teki özelliklere uygun olduğunun,
- Madde 5'teki muayene ve deneylerin yapılmış ve uygun sonuç alınmış bulunduğu belirtilmesi gerekir.

Kaynaklar

- [1] Codex Alimentarius 2001. Fats, Oils and Related Products, Sec. Ed.
- [2] COI/T.15/NC no. 3/Rev. 3 November 2008l
- [3] Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliği (29.12.2011, Sayı: 28157, 3. Mükerrer Resmi Gazete)
- [4] Türk Gıda Kodeksi Zeytinyağı ve Prina yağı Tebliği (08.04.2023 tarih, 32157 sayılı Resmi Gazete Tebliği No: 2023/23)

Ek A
(Bilgi için)

Tüketime sunulma şekillerine göre zeytinyağı türleri ve yabancı dil karşılıkları

Türkçe	Fransızca	İngilizce	İtalyanca	İspanyolca
Naturel sızma zeytinyağı	Huile d'olive vierge extra	Extra virgin olive oil	Olio d'oliva extra vergine	Aceite de oliva virgen extra
Naturel birinci zeytinyağı	Huile d'olive vierge	Virgin olive oil	Olio d'oliva vergine	Aceite de oliva virgen
Rafine zeytinyağı	Huile d'olive raffinee	Refined olive oil	Olio d'oliva raffinato	Aceite de oliva refinado
Riviera zeytinyağı	Huile d'olive	Olive oil or pure olive oil	Olio d'oliva	Aceite de oliva

Ek B

(Bilgi için)

Naturel zeytinyağına ait lezzet özellikleri ve tespiti

B.1 Amaç ve kapsam

Bu yöntemin amacı, naturel zeytinyağının lezzet özelliklerini değerlendirmek için ihtiyaç duyulan kriterleri saptamak ve sınıflandırma için bir metodoloji geliştirmektir.

B.2 Uygulama alanı

Yöntem; bir panelde seçilen bir tadımcı grubuna naturel zeytinyağının sınıflandırılması ve zeytinyağının kusurlarının şiddetine, aromasına (meyvemsilik) ve diğer pozitif özelliklerine göre derecelendirilmesinin belirlenmesinde ne tür uygulamalar yapılacağını tarif eder.

Tadım panelistlerinin seçimi ve eğitimi ile tadım odaları ve tadım bardaklarının seçiminde ilgili uluslararası standartlar kullanılmalıdır.

B.3 Özel terimler

B.3.1 Pozitif özellikler

- *Meyvemsilik*: Zeytinin çeşidine bağlı olarak sağlıklı, taze, yeşil ya da olgun meyveden elde edilen yağın algılanan karakteristik meyvemsi aromasıdır.

Yağ yeşil zeytinden elde edilmiş ise aroma yeşil meyveyi anımsatır.

Yağ olgun zeytinden elde edilmiş ise aroma yeşil ve olgun meyveyi birlikte anımsatır.

- *Acılık*: Yeşil zeytinden veya rengi dönük zeytinlerden üretilmiş yağın karakteristik ilk tadıdır.
- *Yakıcılık*: Yağın lezzet karakteristiği olan yakma hissidir.

Çoğunlukla mevsimin başlangıcında hâlâ yeşil olan zeytinlerden üretilen yağlarda bu tat hissedilir. Bu his, tüm ağız boşluğunda algılanabilir, özellikle boğazda hissedilir.

B.3.2 Kusurlar

- Kızışma-çamurlu tortu/posa:

Kızışma; yığın olarak saklanan veya depolanan zeytinlerden üretilen yağların, anaerobik fermentasyonun ileri safhalarındaki zeytinlerden üretilen yağların,

Çamurlu tortu; depolama tanklarının ya da fiçilerin dibinde biriken tortuyla temas eden yağların karakteristik tat ve kokusunu tanımlar.

- *Küflü-rutubetli*: Nemli koşullarda uzun süreli depolama sonucunda çok sayıda küf ve mayanın gelişmiş olduğu meyvelerden üretilen yağın karakteristik tat ve kokusu.
- *Şarabımsı-sirkemsi/asidik-ekşimsi*: Belirli yağların şarap veya sirkeyi hatırlatan karakteristik tat ve kokusu.

Bu tat ve koku, esas olarak zeytinlerdeki, asetik asit, etil asetat ve etanol oluşumuna yol açan fermentasyon sürecinden kaynaklanır. Bu tat ve koku zeytinlerin veya zeytin hamurunun bastırılmasında kullanılan hasırların iyi temizlenmemesi nedeniyle, elde edilen yağın aerobik fermentasyonundan kaynaklanır.

– *Metalik*: Metal tadı

Bu tat zeytinin ya da yağın; ezme, karıştırma, presleme veya depolama esnasında metal yüzeylerle uzun süreli temasta bulunmasından kaynaklanır.

- *Ransid*: Şiddetli bir oksidasyon sürecine maruz kalan yağın karakteristik tat ve kokusudur.
- *Isıtılmış veya yanmış* : Isıtma işleminin yüksek sıcaklıkta ve/veya uzun süreli uygulanması sonucu oluşan karakteristik tat ve koku. Bu durum, özellikle karıştırma sırasında hamur sıcaklığının yüksek olması sonucu oluşur.
- *Samansı-odunsu*: Kurumuş zeytinlerden üretilmiş yağların karakteristik tadı.
- *Kaba*: Bazı eski yağların ağızda yarattığı kalın, macunsu his.
- *Makine yağı*: Yağın, mazot, makine yağı veya mineral yağı anımsatan tadı.
- *Karasu*: Yağın, karasu ile uzun süreli teması sonucu fermente olmasından kaynaklanan tat.
- *Salamura*: Salamura zeytinlerden elde edilmiş yağın tadı.
- *Hasırımı*: Yeni hasırlara bastırılmış zeytinlerden elde edilen yağın karakteristik tadı. Bu tat, hasırların yeşil veya kurutulmuş ottan yapılmış olmasına bağlı olarak değişebilir.
- *Topraksı*: Topraklı veya çamurlu olarak toplanmış ve uygun şekilde yıkanmamış zeytinlerden elde edilmiş yağın tadı.
- *Kurtlu*: Zeytin sineği (*Bactrocera oleae*) kurtlarının yoğun zararına uğramış zeytinlerden elde edilen yağın tadı.
- *Salatalık*: Yağın, özellikle hava geçirmez teneke kaplarda çok uzun süre depolanması sonucu oluşan 2-6 nonadienalden kaynaklanan tat.
- *Islak odun*: Don zararına uğramış zeytinlerden elde edilmiş yağın tadı.

B.3.3 Etiketleme terimleri

Panel başkanı, talep edildiğinde yoğunluk ve hissedilen özelliklere göre aşağıdaki sıfatlara karşılık gelen tanım ve aralıklara uyan yağları sertifikalandırabilir.

a) Madde B.3.1’de verilen her bir pozitif özellik (meyvemsi-yeşil veya olgun-yakıcı veya acı):

- i) *Yoğun*: ortalanca değeri 6’dan büyük olduğunda kullanılabilir.
- ii) *Orta*: ortalanca değeri 3-6 olduğunda kullanılabilir.
- iii) *Hafif*: ortalanca değeri 3’ten az olduğunda kullanılabilir.

Sorgulanan özelliğin yukarıdaki sıfatlarla ifade edilemediği ve ortalanca değeri 3 veya daha fazla olması durumunda (i), (ii), (iii) maddelerindeki sıfatlar olmadan ifade edilebilir.

b) *Dengeli*: Yağın verdiği koku, tat ve his özellikleri bakımından acı ve/veya yakıcı özelliği ortancası, meyvemsi özelliği ortancasının 2 puan üstünde olduğu durumda kullanılabilir.

c) *Yumuşak yağ*: Acı ve yakıcılık özellikleri ortancalarının 2 veya daha az olması durumunda kullanılır.

B.4 Panel

Bir panel, panel başkanı ve 8-12 tadımcıdan oluşur.

Panel başkanı; yağ türleri konusunda uygun eğitim almış bir uzman olmalıdır; panelin organizasyonundan ve işleyişinden (numunelerin hazırlanması, kodlanması, tadımcılara sunulması, verilerin toplanması ve işlenmesi) sorumludur. Panel başkanı, lezzet analizlerinde temel eğitimi almış tadımcılar arasından panel grubunu oluşturur performanslarının standartlara uygunluğunu değerlendirir.

Tadımcılar benzer numuneler arasındaki farkları ayırt edebilme becerilerine göre değerlendirilmeli ve ulusal veya uluslararası kabul görmüş yöntemlere göre eğitilmiş ve sertifika almış olmalıdır.

B.5 İşlem

B.5.1 Profil kağıdının tadımcılar tarafından kullanımı

Tadımcılar tarafından kullanımı amaçlanan profil kağıdı Şekil B.1’de yer almaktadır.

- Paneldeki her bir tadımcı, tadım bardağındaki yağı, önce koklar⁴⁾, daha sonra tadar, sonra negatif ve pozitif özelliklerin her biri için algıladığı yoğunluğu profil kağıdındaki 10 cm’lik skalaya işaretler. Tadımcı meyvemsiliği yeşil veya olgun olarak algıladığında, profil kağıdındaki ilgili kutucuğu işaretler.
- Tadımcı, profil kağıdında verilmemiş herhangi bir kusur algılayacak olursa, bunları “diğerleri” başlığı altına, Madde B.3.2’de tanımlananlar arasından özellikleri en doğru tarif eden terim veya terimleri kullanarak kaydeder.

B.5.2 Verilerin panel başkanı tarafından işlenmesi

- Panel başkanı, her bir tadımcı tarafından doldurulan profil kağıdını toplar ve kaydedilen yoğunlukları gözden geçirir. Herhangi bir anormallik gözlemediğinde, tadımcıyı profil kağıdını revize etmeye ve gerekliyse, deneyi tekrar etmeye davet eder.
- Panel başkanı her bir tadımcının verilerini, bilgi/açıklama bölümünde belirtilen hesaplamaları yapmak amacıyla bilgisayar programına kaydeder. Belirli bir numune hakkındaki veriler kullanılarak, 9 lezzet özelliğini temsil eden 9 sütundan ve her bir tadımcı için bir satırdan oluşan tablo oluşturulur.
- Bir kusur, panelin en azından % 50’si tarafından “diğerleri” başlığı altına girilmişse, panel başkanı negatif özelliğin ortancasını hesaplar ve karşılık gelen sınıflandırmayı belirler.
- İncelenecek yağın Madde B.3.3(a)’daki meyvemsi özelliği yeşil ve olgun terimlerinin tadımcıların en az % 50’si tarafından tespit edilmesi sonucunda yağın özellikleri panel başkanı tarafından onaylanır.
- Normal koşullarda lezzet analizinin bir defa yapılması yeterlidir; ancak, çelişkili değerlendirmeler olduğu takdirde panel başkanı lezzet analizini tekrarlatmalıdır. Çelişkili değerlendirmeyi doğrulamak için üçüncü kez lezzet analizi yapılmalıdır. Bu durumda özelliğin ortancası, ortancaların ortalamalarından hesaplanmalıdır. Tekrarlanan deneyler farklı oturumlarda yapılmalıdır.

B.5.3 Yağın derecelendirilmesi

Yağ, kusurların ortancası ve meyvemsiliğin ortancası ile birlikte aşağıdaki gibi derecelendirilir. En yoğun şekilde hissedilen kusurun ortancası, kusurların ortancası olarak belirlenir. Kusurların ve meyvemsiliğin ortancası bir ondalık sayı şeklinde verilir ve belirlenen standart sapma % 20’ den daha büyük olmamalıdır.

Yağ aşağıda verilen referans aralıklara göre kusurların ortancası ve meyvemsiliğin ortancaları karşılaştırılarak derecelendirilir. Bu aralıkların sınır değerleri belirlenirken hesaplanan yöntem hatası, sonucun kesin olması için dikkate alınmalıdır. İstatistiksel bir tablo veya bir grafik kullanılan bilgisayar programları derecelendirmenin görsel hâle gelmesini sağlar.

⁴⁾ Tadımcı yağı kokladığında aşırı derecede yoğun bir kusur tespit ederse tadıma devam etmeyebilir; ancak bunu profil kağıdına not etmelidir.

- a) Sızma zeytinyağı: Kusurların ortancası 0' dır ve meyvemsiliğin ortancası 0'ın üzerindedir.
b) Naturel birinci zeytinyağı: Kusurların ortancası 0-3,5 arasındadır ve meyvemsiliğin ortancası 0'ın üzerindedir.

Çizelge B.1 - Naturel zeytinyağlarına ait lezzet özellikleri

	Kusurların ortancası / Medyanı (Md)	Meyvemsilik özellik ortancası / Medyanı (Mf)
Naturel sızma zeytinyağı	Md= 0	Mf > 0
Naturel birinci zeytinyağı	$0 < Md \leq 3,5$	Mf > 0

B.5.4 Özel durum

Diğer pozitif özelliklerin ortancası meyvemsiliğin ortancası olan 5'ten büyükse, Panel başkanı bu değeri analiz sertifikasında belirtmelidir.

KUSURLARIN ALGILANMA YOĞUNLUĞU:

Kızışma/çamurlu tortu -----
Küflü-rutubetli -----
Şarabımsı-sirkemsi/asidik-ekşimsi -----
Metalik -----
Ransid -----
Diğerleri (belirtiniz) -----

POZİTİF ÖZELLİKLERİN ALGILANMA YOĞUNLUĞU:

Meyvemsilik -----
yeşil ☐ olgun ☐
Acılık -----
Yakıcılık -----
Tadımcının adı: -----
Numune kodu: -----
Tarih: -----
Yorumlar: -----

Şekil B.1 - Profil kâğıdı