

AVRUPA BÖLGESİ İÇİN TAVSİYE EDİLEN BAL STANDARTLARI (1)

Enver ÖDER (2)

1. TANIM:

1.1 Balın tarifi

Bal: Bal arılarının, çiçeklerin nektarlarından veya bitkilerin canlı kısımlarından yahutda bu kısımlar üzerinde yaşayan canlılar tarafından meydana getirilen salgılardan ürettikleri tatlı bir maddedir. Bu salgılar arılar tarafından toplanarak değişikliğe uğratılır, içerisine özel bir takım maddeler karıştırılarak bal gözlerine depolanırlar.

1.2 Açıklama

Bal değişik şekerlerden meydana gelir, en çok bulunanlar glukoz ve fruktozdur. Glukoz ve fruktozdan başka bal; protein, amino asitler, enzimler, organik asitler, mineraller, pollen ve diğer maddeleri de ihtiva eder. Balda, elde edilme işlemi sırasında karışan iz halinde mantarlar, yosunlar, mayalar ve diğer katı tanecekler gibi, sukroz, maltoz, melezitoz ve dekstrin dahil diğer oligosakkaridler de bulunabilir. Balın rengi hemen hemen renksizden koyukahve rengine kadar değişiklik gösterir. Kıvamı akıcı yapışkan yapıdadır. Kısmen veya tamamen kristalize olabilir. Lezzeti ve kokusu değişiktir ancak bu farklılık genellikle bitki kaynağından ileri gelir.

1.3 Yardımcı tarifler ve terimler

1.3.1 Kaynağına göre ballar

Çiçek veya nektar balı; Yalnız çiçeklerin nektar bezlerinden elde edilen ballardır.

(1) Recommended Euroean Regional Standart for Honey - Drawn up by the Codex Alimentarius Commission (joint FAO/WHO Food Stardarts Programme International Beekeeping Technology and Economy Institute of APIMONDIA - 1971

(2) Atatürk Üniversitesi Ziraat Fakültesi Zootekni Bölümü, Ezurum.

Honeydew balı; Yalnız bitkilerin canlı kısımlarından salgılanan veya bu kısımlar üzerinde yaşayan canlıların dışarıya attıkları tatlı artıklardan üretilen ballardır. Rengi açık parlak kahverengi veya yeşilimsi'den hemen hemen siyaha kadar değişiklik gösterir.

1.3.2 Elde ediliş şekline göre ballar

Gömeçli bal: Yeni yapılmış larvasız gömeç gözleri içerisine arılar tarafından depolanan ve sızanmış bütün gömeç veya kesilerek parça halinde satışı sunulan ballardır.

Süzme bal: Sırı alınmış yavrusuz gömeçlerin santrifüje edilmesiyle elde edilen ballardır.

Sıkma bal: Aşırı olmayan uygun bir sıcaklık uygulanarak veya sıcaklık uygulamadan yavrusuz ballı gömeçlerin sıkılmasıyla elde edilen ballardır.

2. GERÇEK BİLEŞİM VE KALİTE FAKTÖRLERİ

2.1 Bileşimle ilgili kriterler

2.1.1. İnvert şeker olarak hesap edilen Zâhiri indirgen şeker miktarı:

Çiçek balında, etiketleme kaydıyla : % 65'den az olmamalıdır.

Honeydew balı ve Honeydew balı

ile çiçek balı karışık olanlarda : % 60'dan az "

2.1.2. Su miktarı : % 21'den fazla "

Heater balı (*Calluna*) : % 23'den " "

2.1.3. Zâhiri sukroz miktarı : % 5'den " "

Honeydew balı, Honeydew balı ve

Çiçek balı, *Robinia*, *Lavender* ve

Banksia menziesii ballarında : % 10'dan " "

2.1.4. Suda erimeyen katı maddeler : % 0.1'den " "

Sıkma ballarda : % 5'den " "

2.1.5. Mineral (kül) miktarı : % 0.6'dan " "

Honeydew balı ve Honeydew balı ve

Çiçek balı karışık olanlarda : % 1.0'den " "

2.1.6 Asidite : Her 1000 g'da 40 miliekivalent'dan fazla olmalıdır.

2.1.7 Diyastaz aktivitesi ve hidroksimetilfurfural miktarı

İşleme ve harmanlamadan sonra

Gothe cetvelinde tesbit edilen rakam : 8'den az olmamalıdır

Bulunan hidroksimetilfurfural

miktarı ise : 40 mg/kg'dan fazla olmamalıdır.

Portakal balı gibi tabii enzim mik-

tarı düşük balların Gothe cetvelin-

de tesbit edilen diyastaz miktarı : 3'den az olmamalıdır.

Bulunan hidroksimetilfurfural mik-

tarı ise : 15 mg/kg'dan fazla olmamalıdır.

2.2. Kesin yasaklar

2.2.1 Bala, işleme ve depolama sırasında kaliteyi bozucu, kötü tad ve koku veren veya kokutucu etki yapan herhangi bir yabancı madde karışmamış olmalıdır.

2.2.2. Bal fermente olmaya ve köpürmeye başlamamış olmalıdır.

2.2.3. Bal, ihtiva ettiği tabii enzimleri geniş çapta veya tümüyle etkisiz du ruma getirecek şekilde ısıtılmamalıdır (bak 2.1.7).

2.2.4. Balın asiditesi sun'i olarak değiştirilmemelidir.

3. GIDA İLÂVE EDİLMESİ VE DİĞER İLÂVELER

3.1. Yapılması kesinlikle yasaktır.

4. HİJYEN

4.1. Bu standart Codex Alimentarius Commission (Ref. No: CAC/RCP.1-1969) tarafından teklif edilmiş bulunan *Gıda Hijyeninin Genel Kurallarının* uygun görülen bölümlerine dayanılarak tesbit edilmiştir.

4.2. Perakende satışlarda veya insanların tüketimi için hazırlanan herhangi bir üründe kullanıldığında belli olduğundan, balın içerisinde, küf, böcekler, böcek parçaları, arı yavrusu veya kum tanecikleri gibi organik ve inorganik maddeler bulunmamalıdır (bak. 2.1.4).

5. ETİKETLEME

General Standart for the Labelling of Prepackaged Food (Ref. NO: CAC/RS I-1969)'un 1, 2, 4 ve 6'cı bölümlerine ek olarak aşağıdaki özel şartlar uygulanır:

5.1. Gıdanın ismi

5.1.1. Yalnız 5.1.4'deki standartlara uyan ürünlere "bal" adı verilir.

5.1.2. (1.3)'deki özel tariflere uymayan hiçbir bal bu isimlerle adlandırılmaz.

5.1.3. Bal rengine göre; eğer bal büyük kısmını floral veya bitki kaynağı veya kaynaklarından alıyorsa floral veya bitki kaynağına göre; eğer bal ait olduğu tipin karakterine sahipse, tipine göre aclandırılır. Eğer bal özellikle adlandırmada belirtilen bölgede üretilmişse coğrafik veya topoğrafik bölge ismiyle de adlandırılabilir.

5.1.4. Bu standartlardan 2.1.7, 2.2.1, 2.2.2 veya 2.2.3 maddelerindeki hususlara uymayan balları, satılacaksa "baking balı" veya "sanayi balı" olarak etiketlenmelidir.

5.1.5 Bu standartlara uygun ballar, "kremleşmiş", "harmanlanmış" veya "koyulaştırılmış" gibi adlar altında, fiziksel karakterleri belirtilerek satılabilirler.

5.2 Net miktarlar

Net miktarlar, ürünün satıldığı ülkenin isteğine bağlı olarak ya metrik "Uluslararası sistem" birimleri) veya ağırlık ölçü birimleri yahutta her iki ölçü sistemiyle tartılarak belirtilir.

5.3 İsim ve adres

Fabrikatör, paketleyici, dağıtıcı, ithalatçı, ihracatçı veya balın satıcısının isim ve adresi yazılır.

5.4 Elde edildiği ülke

Bal elde edildiği ülkede satılmadığında, balın elde edildiği ülke adı yazılmalıdır. Elde edildiği ülkede satılıyorsa ülke ismini yazmaya gerek yoktur.

6. ANALİZ VE ÖRNEK ALMA YÖNTEMLERİ

Aşağıda tarif edilen analiz ve örnek alma yöntemleri, uluslararası hakem yöntemleridir.

6.1 İndirgen şeker miktarının hesaplanması

6.1.1 Yöntemin esasları

Yöntem Lane ve Eynon (1923) yönteminin değişik bir şekli olup, metilen mavisi dahili bir indikatör gibi kullanılarak kaynama noktasında baldaki indirgen şeker çözeltisine karşı, soxhlet'in modifiye edilmiş Fehling çözeltisinin titrasyonla indirgenmesini kapsar. Bu şekildeki bir uygulamada maksimum doğruluk; standardizasyon aşamasında Fehling çözeltisinin indirgenmesinin sağlanmasına ve baldaki indirgen şekerlerin tesbit edilmesinde sürekli olarak sabit hacimlerin kullanılmasına bağlıdır. Bunun için; yapılacak tesbitlerden önce ilâve edilecek su hacminin tesbiti için bir ön titrasyon yapılması gereklidir.

6.1.2 Ayıraçlar

6.1.2.1 Soxhlet'in değişik Fehling çözeltisi

Çözelti A: 69.28 g bakır sülfat pentahidrat ($\text{CuSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$; MW = 249,71) arı suyla çözülerek 1 litreye tamamlanır. Titrasyondan önce bir gün bekletilir.

Çözelti B: 346 g sodyum potasyum tartarat ($C_4H_4KNaO_6 \cdot 4H_2O$; MW= 282.23) ve 100 g sodyum hidroksit (NaOH) arı suda çözülerek 1 litreye tamamlanır. Hazırlanmış asbest arasından filtre edilir.

6.1.2.2 Standart invert şeker çözeltisi (10 g/1 aq).

9.5 g arı sukroz, tam olarak tartılır, 5 ml hidroklorik asit (ca. % 36.5 w/w saf HCl) ilâve edilerek su ile eritilir, 100 ml'e tamamlanır. Asitlendirilmiş bu çözelti oda sıcaklığında birkaç gün saklanır (ca. 12 C° - 15°C'de 7 gün veya 20C°-25C°'de 3 gün) ve sonra sulandırılarak 1 litreye tamamlanır (N.B. % 1.0 asitlendirilmiş invert şeker birkaç ay bozulmadan kalır). Kullanılmadan hemen önce alınacak uygun hacimdeki çözelti 1 N sodyum hidroklorik asit çözeltisiyle (40 g/1) nötralize edilir ve standardizasyon için gerekli konsantrasyonu (2 g/1) sağlamak için kullanılır.

6.1.2.3 Metilen mavisi çözeltisi

2 g metilen mavisi arı suda çözülür, sulandırılarak 1 litreye tamamlanır.

6.1.2.4 Alumina kremi

Soğuk doymuş alum çözeltisi ($K_2SO_4Al_2(SO_4)_3 \cdot 24 H_2O$) suda hazırlanır. Sürekli karıştırılarak içine amonyum hidroksit ilâve edilir. Çözelti turnosolla alkali reaksiyon verinceye kadar katma ve karıştırma işlemine devam edilir, tortunun çökmesi sağlanır, tortu su ile yıkanarak ayrılır, yıkama suyu baryum klorid çözeltisi ile hafif sülfat reaksiyonu verinceye kadar yıkama işlemine devam edilir. Fazla su dökülür, geriye kalan krem ağzı sıkıca kapanabilen bir şişeye doldurularak saklanır.

6.1.3 Örnek alma

6.1.3.1 Sıvı ve süzölmüş bal

Eğer örnek granüle olmamışsa, karıştırılarak veya çalkalanarak iyice harmanlanır. Eğer granüle olmuşsa örnek, ağzı sıkıca kapanan bir kaba konarak batmayacak şekilde bir su banyosuna yerleştirilir ve 60 C°'de 30 dakika ısıtılır. Sonra, eğer gerekiyorsa, eriginceye kadar 65 C°'de ısıtılır. Zaman zaman sallayarak çalkalanması zorunludur. Örnek erir erimez iyice karıştırılarak hemen soğutulur. HMF veya diastatik tesbitlerde bal kesinlikle ısıtılmamalıdır. Mum ve çöp parçacıkları, arı ve gömeç kırıntıları v.s. gibi yabancı maddeler varsa, örnek, su banyosunda 40 C°'ye kadar ısıtılır ve örnek almadan önce sıcak su hunisindeki tülbentten geçirilerek süzülür.

6.1.3.2 Gömeçli bal

Eğer gömeç sırlıysa, ortasından aşağıya doğru kesilir ve 0.500 mm x 0.500 mm (1,2)'lik kare şeklinde gözenekleri bulunan telden dokunmuş bir elekten süzülerek tamamiyle gömeçten ayrılır. Gömeç veya mum kırıkları elekten geçerse, örnek 6.1.3.1'deki gibi ısıtılır ve tülbentten süzülür. Eğer bal gömeçte granüle olmuşsa, mum ereğinceye kadar ısıtılır; karıştırılır, soğutularak mumu alınır.

6.1.4 Uygulama

6.1.4.1 Test örneğinin hazırlanması - Birinci yöntem

(Çökelti - sediment ihtiva eden ballara uygulanabilir).

a- Homojen baldan tartılan 25 g bal örneği 100 ml'ük taksimatlı bir cam kaba konur, 5 ml alun i na kremi (6.1.2.4) ilâve edilerek 20 C°deki su ile sulandırılır, 100 ml'e tamamlanır ve filtre edilir.

b- Bu çözeltiden 10 ml alınarak arı su ile 500 ml'e tamamlanır (sulandırılmış bal çözeltisi).

VEYA

6.1.4.2 Test örneğinin hazırlanması - ikinci yöntem

a- Homojen bal örneğinden yaklaşık 2 g tartılır ve ölçekli bir cam kab içerisinde arı suyla çözümlenerek 200 ml'e tamamlanır (sulandırılmış bal çözeltisi).

b- 50 ml bal çözeltisi arı su kullanılarak sulandırılır ve 100 ml'e tamamlanır (sulandırılmış bal çözeltisi).

6.1.4.3 Modifiye Fehling çözeltisinin standardizasyonu

Tam 5 ml modifiye Fehling A çözeltisi alınıp (pipetle) 5 ml Fehling B çözeltisine karıştırıldığında 25 ml sulandırılmış invert şeker çözeltisine (2 g/litre) tam 0.050 g invert şeker karıştırılmış gibi bir reaksiyon gösteriyorsa, çökelti standardize edilmiş demektir.

6.1.4.4 Ön titrasyon

Redüksiyon titrasyonun bitiminde ilâve edilen reaktantların toplam hacmi 35 ml olmalıdır, titrasyona başlamadan önce uygun hacimde su ilâve edilerek toplam 35 ml'e tamamlanır. Belirtilen bal standartlarında balın içerisindeki indirgen şekerler % 60'dan fazla olacağına göre (invert şeker olarak hesaplanan) redüksiyonun sabit hacimde sürdürülmesini garanti altına almak belli örneğe

1 Ref. ISO Recommendation R 565

2 Süzme işlemi 0.420 x 0.420 mm gözenekli U.S. NO: 40 standart tel kafesli telden yapılmış süzgeçlerle de yapılabilir.

ilâve edilecek su hacmini tesbit için ilk titrasyonun yapılması zorunludur. İlâve edilecek su hacmi, ilk titrasyonda tüketilen sulandırılmış bal çözeltisi hacminin (x ml), 25 ml'den çıkarılmasıyla hesaplanır.

5 ml Fehling A çözeltisi Pipetle almarak 250-ml'ük bir Erlenmeyer içersine konur ve yaklaşık 5 ml Fehling B çözeltisi ilâve edilir. Buna da 7 ml arı su, bir miktar sünger taşı veya taşmayı önleyici diğer uygun bir madde, ardından da bûretle 15 ml *sulandırılmış bal çözeltisi* konur. Soğuk karışım, üzerinde tel kafes bulunan li: alevde kaynamaya bırakılır ve kaynama yavaşlatılarak 2 dakika sürdürülür. Kaynama sürerken 1 ml, % 0.2'lik metilen mavisi çözeltisi ilâve edilir, indikatör renksizleşinceye kadar azar azar sulandırılmış bal çözeltisi ilâve edilerek 3 dakikalık kaynama süresi içerisinde titrasyon tamamlanır. Su üzerindeki sıvının rengi kontrol edilmelidir. Sarfedilen sulandırılmış bal çözeltisinin toplam hacmi kaydedilir (x ml).

6.1.4.5 Tesbit

Titrasyonun bitiminde reaktantların toplam hacmini 35 ml'e tamamlamak için ilâve edilecek gerekli su miktarı birinci titrasyon (x ml), 25 ml'den çıkarılarak tesbit edilir.

5 ml Fehling A çözeltisi pipetle alınarak 250 ml'ük Erlenmeyer içersine konur ve yaklaşık 5 ml Fehling B çözeltisi ilâve edilir.

(25 - x) ml arı su, biraz sünger taşı veya taşmayı önleyici diğer uygun bir madde konur, birinci titrasyonda hacmi tesbit edilen sulandırılmış bal çözeltisinden yaklaşık 1.5 ml bûretle alınarak ilâve edilir. Soğuk karışım, üzerinde tel bulunan bir alev üzerinde kaynayınca kadar ısıtılır, kaynama yavaşlatılır, 2 dakika bu şekilde kaynama sürdürülür. Kaynama devam ederken % 0.2'lik 1.0 ml metilen mavisi çözeltisi ilâve edilir ve indikatör renksizleşinceye kadar azar azar sulandırılmış bal çözeltisi ilâve edilir, 3 dakikalık kaynama süresi içerisinde titrasyon tamamlanır. Sulandırılmış bal çözeltisinin toplam hacmi (y ml) kaydedilir. Doğruluğunun tesbiti için titrasyon tekrar edilir. Her iki titrasyon arasındaki fark 0.1 ml'ü geçmemelidir.

6.1.5 Sonuçların hesaplanması ve ifadesi

$$C = \frac{2000}{W \cdot y}$$

Burada : C = her 100 g baldaki g invert şeker (yüzde)

W= alınan bal örneğinin ağırlığı

ve : y= tesbitte tüketilen sulandırılmış bal çözeltisinin hacmi (ml).

6.1.6 Uygulama hakkında notlar

Her bir örnek için tesbit edilmiş bulunan reaktant karışımının toplam 35 ml hacme tamamlanması için gerekli su hacminin tesbitinin doğruluk ve tekraredilebilirliği zorunludur. Aşağıdaki tablo (6.1.4.1) deki yaklaşık 5 g'lık test örneğini veya (6.1.4.2) deki yaklaşık 2 g'lık test örneğinin 1. titrasyonda azar azar artan invert şeker yüzdelere göre ilâve edilmesi gereken tipik arı su hacimlerini göstermektedir.

İnvert şeker miktarı	İlâve edilecek arı su hacmi
%	ml
60	8.3
65	9.6
70	10.7
75	11.6

6.2 Zahiri sukroz miktarının tesbiti

6.2.1 Yöntemin esası

Walker (1971)'in inversion yöntemine dayanır.

6.2.2 Ayraçlar

6.2.2.1 Soxhlet'in değişik Fehling çözeltisi (6.1.2.1).

6.2.2.2 Standart invert şeker çözeltisi (6.1.2.2).

6.2.2.3 Hidroklorik asit (6.34 N eşdeğerli).

6.2.2.4 Sodyum hidroksit çözeltisi (5 N eşdeğerli).

6.2.2.5 Metilen mavisi çözeltisi 2 g/l (6.1.2.3).

6.2.3 Örnek alma

Bal, örnek almak için 6.1.3 deki gibi hazırlanır.

6.2.4 Uygulama

6.2.4.1 Test örneğinin hazırlanması

Bal örneği 6.1.4.1 (a) daki gibi hazırlanır. Bu çözeltiden 10 ml alınır, arı su ile sulandırılarak 250 ml'e tamamlanır; bal çözeltisi (sukroz tesbiti için) VEYA bal çözeltisi, 6.1.4.2 (a)'daki gibi hazırlanır.

6.2.4.2 Test örneğinin hidrolizi

50 ml bal çözeltisi 25 ml arı suyla birlikte 100 ml taksimatlı bir cam kaba konur. Örnek kaynayan bir su banyosu üzerinde 65 C° ye kadar ısıtılır. Sonra şişe

su banyosundan çıkarılır ve 6.34 *N* hidroklorik asit den 10 ml ilâve edilir. Çözelti 15 dakika kendi halinde soğumaya bırakılır ve sonra sıcaklığı 20 C° ye yükseltilir, indikatör olarak turnusol kâğıdı kullanılarak 5 *N* sodyum hitroksitle nötralleştirilir, tekrar soğutularak hacim 100 ml'e tamamlanır (sulandırılmış bal çözeltisi).

6.2.4.3 Titrasyon

6.1.4.4 ve 6.1.4.5'deki gibi yapılır.

6.2.5 Sonuçların hesaplanması ve ifadesi

6.1.5'deki inversiondan önce yüzde invert şeker için kullanılan aynı formül kullanılarak inversiondan sonraki yüzde invert yeker (her 100 g baldaki g invert şeker) hesaplanır.

Zahiri sukroz miktarı = (inversiondan sonraki invert şeker miktarı — inversiondan önceki invert şeker miktarı) x 0.95.

Sonuçlar: 100 g balda g cinsinden zâhiri sukroz (zâhiri sukroz/100 g bal) olarak ifade edilir.

6.3 Su miktarının tesbiti

6.3.1 Yöntemin esası

Wedmore (1955) tarafından düzeltilerek geliştirilen Chataway (1932)'nin refraktometrik yöntemine dayanır.

6.3.2 Aletler

Refraktometre

6.3.3 Örnek alma

Örnek almak için bal, 6.1.3'deki gibi hazırlanır.

6.3.4 Uygulama

6.3.4.1 Refraktif indeks'in tesbiti

Test örneğinin refraktif indeksi 20 C°'ye yakın sabit sıcaklıktaki bir refraktometre kullanılarak tesbit edilir. Aşağıda verilen tablo kullanılarak su miktarına çevrilir (yüzde m/m). Eğer tesbit 20 C°'den başka bir sıcaklıkta yapılıyorsa, okumalar sıcaklık düzeltmelerine göre 20 C°'deki standart sıcaklığa çevrilir, kullanılan yöntem test raporlarında belirtilmelidir.

SU MİKTARI TAHMİN CETVELİ

Refraktif indeks (20 C°)	Su mik- tarı (%)	Refraktif indeks (20 C°)	Su mik- tarı (%)	Refraktif indeks (20 C°)	Su mik- tarı (%)
1.5044	13.0	1.4935	17.2	1.4830	21.4
1.5038	13.2	1.4930	17.4	1.4825	21.6
1.5033	13.4	1.4925	17.6	1.4820	21.8
1.5028	13.6	1.4920	17.8	1.4815	22.0
1.5023	13.8	1.4915	18.0	1.4810	22.2
1.5018	14.0	1.4910	18.2	1.4805	22.4
1.5012	14.2	1.4905	18.4	1.4800	22.6
1.5007	14.4	1.4900	18.6	1.4795	22.8
1.5002	14.6	1.4895	18.8	1.4790	23.0
1.4997	14.8	1.4890	19.0	1.4785	23.2
1.4992	15.0	1.4885	19.2	1.4780	23.4
1.4987	15.2	1.4880	19.4	1.4775	23.6
1.4982	15.4	1.4875	19.6	1.4770	23.8
1.4976	15.6	1.4870	19.8	1.4765	24.0
1.4971	15.8	1.4865	20.0	1.4760	24.2
1.4966	16.0	1.4860	20.2	1.4755	24.4
1.4961	16.2	1.4855	20.4	1.4750	24.6
1.4956	16.4	1.4850	20.6	1.4745	24.8
1.4951	16.6	1.4845	20.8	1.4740	25.0
1.4946	16.8	1.4840	21.0		
1.4940	17.0	1.4835	21.2		

6.3.4.2 Sıcaklık düzeltmeleri-Refraktif indeks:

Sıcaklık 20 C°'nin altında ise her C°'ye 0,00023 eklenir.

Sıcaklık 20 C°'nin üzerinde ise her C°'den 0,00023 çıkarılır.

6.4 Suda erimeyen katı madde miktarının gravimetrik tespiti

6.4.1 Örnek alma

Örnek almak için, bal 6.1.3'deki gibi hazırlanır.

6.4.2.1 Uygulama

6.4.2.1 Test örneklerinin hazırlanması

10 mg'rama kadar tartabilen hassas bir terazide 20 g bal tartılır aynı miktarda 80 C°'deki arı suda çözülerek iyice karıştırılır.

6.4.2.2 Gravimetrik tesbit

Test örneği önceden kurutulmuş ve tartılmış, delik genişliği 15-40 mikron olan cam potadan filtre edilir. Şekerlerden tümüyle arıncaya kadar 80 C°deki sıcak suyla iyice yıkanır (Mohr testi). Birikinti 135 C°de bir saat kurutulur, soğutularak duyarlı bir terazide 0.1 mg'na kadar tartılır.

6.4.3 Sonuçların ifadesi

Sonuçlar suda erimeyen yüzde katı madde olarak ifade edilir (m/m).

6.5 Mineral (kül) miktarının tesbit edilmesi

6.5.1 Örnek alma

Örnek almak için bal 6.1.3'deki gibi hazırlanır.

6.5.2 Uygulama

6.5.2.1 Balın yakılması

Kızdırılmış ve önceden tartılmış bir platin veya porselen kab içerisinde 5-10 g bal tartılır, bir yakma fırınında siyah ve kuru bir görünüm alınca kadar yavaş yavaş ısıtılır. Köpürme ve taşmadan ötürü herhangi bir kayıp söz konusu değildir. Örnek, yakma fırınına konulmadan önce bir infra-red lambası kullanılarak da kömürleştirilebilir. Eğer gerekliyse köpürüp taşmayı önlemek için birkaç damla zeytin yağı da eklenebilir. Sonra örnek kütle ağırlığı sabit kalıncaya kadar 600 C°de yakılır. Örnek tartılmadan önce soğutulur.

6.5.3 Sonuçların ifadesi

Sonuçlar yüzde kül (m/m) olarak ifade edilir.

6.6 Asiditenin tesbiti

6.6.1 Örnek alma

Örnek almak için bal, 6.1.3'deki gibi hazırlanır.

6.6.2 Ayraçlar

6.6.2.1 0.1 N sodyum hidroksit (karbonatsız)

6.6.2.2 Etanol içerisinde nötrale edilmiş yüzde 1'lik (m/v) fenolftalein indikatörü.

6.6.2.3 Kaynatılıp ardından soğutularak *Karbondioksidi alınmış arı su*.

6.6.3 Uygulama

6.6.3.1 Test örneğinin hazırlanması

Tam olarak 10.0 g bal tartılır, 75 ml *arı su* da çözülür.

6.6.3.2 Titrasyon

Test örneđi, 4-5 damla nötrale edilmiş fenolftalein indikatörü kullanılarak karbonatsız 0.1 *N* sodyum hidroksit çözeltisine karşı titre edilir. Titrasyon bitiminden önceki en son renk durumu 10 saniye sabit tutulur. Koyu renkli örnekler için daha az miktarlar alınmalıdır. Bir alternatif olarak bir pH metre de kullanılabilir. Örnek pH 8.3'e kadar titre edilir.

6.6.4 Hesaplama ve sonuçların ifadesi

Sonuç: miliekivalent asit / kg bal, olarak ifade edilir ve aşağıdaki şekilde hesaplanır.

$$\text{Asidite} = 10$$

Buradaki = 10 g balın nötralizasyonunda kullanılan 0.1 *N*'lik NaOH in ml sayısıdır.

6.7 Diyastaz aktivitesinin tesbiti

6.7.1 Yöntemin esası

White ve arkadaşları (1959) ve Hadorn (1961) tarafından geliştirilen Schade ve arkadaşları (1958)'nin uyguladıkları yöntemle dayanır.

6.7.2 Ayıraçlar

6.7.2.1 İyot stok çözeltisi

8.8 g çözülebilir iyot, içinde çözülebilir 22 g potasyum iyodür bulunan 30-40 ml suda eritilir, su ile sulandırılarak 1 litreye tamamlanır.

6.7.2.2 0.0007 *N*'lik iyot çözeltisi:

20 g çözülebilir potasyum iyodür, 30-40 ml suyla 500 ml taksimatlı cam kab içerisinde çözülür. 5.0 ml iyot stok çözeltisi ilâve edilerek 500 ml'e tamamlanır. Her iki günde bir taze çözelti hazırlanır.

6.7.2.3 Asetat buffer - pH 5.3 (1.59 M):

87 g sodyum asetat, 3 H₂O, 400 ml suda çözülür, az bir su içerisinde yaklaşık 10.5 ml buzlaşmış asetik asit ilâve edilir ve 500 ml'e tamamlanır. Bir pH metre kullanılarak, pH, sodyum asetat veya asetik asitle 5.3'e ayarlanır.

6.7.2.4 0.5 M sodyum klorit çözeltisi

14.5 g çözülebilir sodyum klorit, kaynatılıp arıtılmış suda çözülür ve 500 ml'e tamamlanır. Küflerin gelişmesi nedeniyle çözeltiyi saklama süresi sınırlıdır.

6.7.2.5 Nişasta çözeltisi:

Mavilik değeri 0.5 - 0.55 olan bir nişasta kullanılır. Mavi değeri, 1 cm hücre (cell) kullanılarak aşağıdaki yöntemle tesbit edilir.

2.0 g susuz nişastaya eşit miktarda nişasta tartılır, 250 ml'lük konik bir cam şişede 90 ml su ile karıştırılır. Çabucak kaynamaya getirilir, çözelti imkân ölçüsünde döndürülerek karıştırılır, ısıtma tercihen orta kısmı asbestli kalın bir tel ızgara üzerinde yapılır. Kaynama 3 dakika hafifce devam ettirilir, kaldırılır. üzeri örtülerek oda sıcaklığında kendi kendine soğumaya bırakılır. 100 ml'lük ölçekli bir cam kaba aktarılır, 40 C°'ye ulaşıncaya kadar bekletilir, 40 C°'de 100 ml'e tamamlanır.

Nişasta mavilik değerinin tesbit edilmesi

Bir gram susuz nişastaya eşit miktardaki nişasta yukarıda açıklanan yöntemle çözülür, soğutulur. ölçekli cam kabda 100 ml'e tamamlanmadan önce 2.5 ml asetat buffer ilâve edilir.

100 ml'lük ölçekli bir cam kaba 75 ml su, 1 ml *N* hidroklorik asit ve 1.5 ml 0.02 *N* iyot çözeltisi konur sonra 0.5 ml nişasta çözeltisi ilâve edilerek 100 ml e tamamlanır. Karanlıkta bir saat bekletilir ve nişasta çözeltisi bulunmayan fakat diğer bütün maddeleri ihtiva eden çözeltiye karşı, 660 nm'deki bir spektrofotometre kullanılarak 1 cm cell (hücre) deki değer okunur.

Absorbans iskalasındaki okunan değer = Mavilik değeridir.

6.7.3 Aletler

6.7.3.1 40 ± 0.2 C°'de su banyosu

6.7.3.2 600 nm'de okuma yapabilen bir spektrofotometre

6.7.4 Örnek alma

Bal örneği 6.1.3'deki gibi hazırlanır, herhangi bir ısıtma yapılmaz.

6.7.5 Uygulama

6.7.5.1 Test örneklerinin hazırlanması

Bal çözeltisi: 10.0 g bal cezve ağızlı bir cam kab içerisinde tartılır. 5.0 ml asetat buffer çözeltisi ile birlikte örneği çözmek için 20 ml'de su ilâve edilir. Soğuk çözelti karışımı karıştırılarak örnek tamamen çözülmüş duruma getirilir. 50 ml'lük ölçekli ayrı bir cam kaba 3.0 ml sodyum klorid çözeltisi konur çözülmüş bal örneği bu cam kaba aktarılır, hacim 50 ml'e ayarlanır.

Bal sodyum kloridle temas etmeden önce tamponlanmış olması zorunludur.

Nişasta çözeltisinin standardizasyonu

Nişasta çözeltisi 40 C°'ye kadar ısıtılır, pipetle 5 ml alınarak 40 C°'deki 10 ml suya ilâve edilir, iyice karıştırılır. Bu çözeltiden pipetle 1 ml alınır, 10 ml 0.000 *N* iyot çözeltisine ilâve edilir, 35 ml suyla sulandırılarak iyice karıştırılır, 1 cm hücre (cell) kullanılarak su beyazına karşı 660 nm'deki renk okunur.

Absorbans 0.760 ± 0.020 olmalıdır. Doğru absorbans elde etmek için gerekiyorsa ilâve edilen su hacmi ayarlanabilir.

6.7.5.2 Absorbansın tesbiti

10 ml *bal çözeltisi* pipetle alınarak ölçekli cam silindir içerisine konur, nişasta çözeltisinin bulunduğu cam kaba birlikte $40^\circ \pm 0.2C^\circ$ 'deki su banyosuna yerleştirilir. 15 dakika sonra, pipetle *nişasta çözeltisinden* 5 ml alınarak *bal çözeltisine* aktarılır ve laboratuvar saati çalıştırılır. 5 dakika aralıklarla 1 ml alınarak 10.00 ml 0.0007 *N iyot* çözeltisine ilâve edilir, karıştırılır ve sulandırılarak standart hacmine tamamlanır (bak 6.7.5.1). Ardından 1 cm hücre (cell) kullanılarak spektrofotometrede 660 nm'deki absorbans tesbit edilir. Absorbans hemen hemen 0.235'e ulaşacağı ana kadar aralıklarla 1 ml'lük eşit örnekler almaya devam edilir.

6.7.6 Hesaplama ve sonuçların ifadesi

Absorbans zamana (dakika) karşı milimetrik bir kağıt üzerinde noktalarla işaretlenir. Karışımın reaksiyonu 0.235 lik bir absorbansa ulaştığı zaman tesbit için grafik üzerindeki en az son üç nokta arası düz bir çizgi ile birleştirilir. Diyastaz (DN) sayısını elde etmek için 300 sayısı, bulunan dakika sayısına bölünür. Bu sayı bir saatte $40 C^\circ$ 'deki 1 g bal içinde ulunan enzimlerce hidrolize edilen yüzde 1'lik nişasta çözeltisinin ml olarak diyastaz aktivitesini ifade eder. Bu diyastaz sayısı Gothe - cetvelindeki sayıyla uyumludur.

$$\text{Diyastaz aktivitesi} = \text{DN} = \frac{\text{ml nişasta çözeltisi (yüzde birlik)/g bal/s}}{40 C^\circ \text{de}}$$

6.8 HMF (hydroxymethylfurfural) miktarının fotometrik tesbiti

6.8.1 Yöntemin esası

Winkler (1955)'in yönetimine dayanır.

6.8.2 Ayıraçlar

6.8.2.1 Barbitürik asit çözeltisi

500 mg barbitürik asit tam olarak tartılır, içinde 70 ml su bulunan 100 ml'lük ölçekli bir cam silindire aktarılır. Bir sıcak su banyosuna yerleştirilerek çözülünceye kadar bekeletilir, çıkarılarak soğutulur ve 100 ml'e tamamlanır.

6.8.2.2. p-toluidin çözeltisi

10.0 g çözülebilir p-toluidin tartılır, yaklaşık 50 ml isopropanol içinde, bir su banyosunda hafifce ısıtılarak çözülür. 100 ml ölçekli bir cam kaba isopropanol'la birlikte aktarılır ve 10 ml buzlaşmış asetik asit ilâve edilir. Soğutularak isopropanol'la 100 ml'e tamamlanır. Çözelti karanlıkta saklanır. En az 24 saat geçmeden kullanılamaz.

6.8.2.3 Arı su (oksijensiz):

Kaynayan arı su içerisinde nitrojen gazı geçirilir. Sonra su soğutulur.

6.8.3 Aletler

6.8.3.1 550 nm'de okuma yapabilen bir spektrofotometre.

6.8.3.2 Su banyosu

6.8.4 Örnek alma

Herhangi bir ısıtma yapmadan bal 6.1.3'deki gibi hazırlanır.

6.8.5 Uygulama

6.8.5.1 Test örneğinin hazırlanması

10 g *bal* örneği tartılır, ısıtılmadan 20 ml oksijensiz arı su içerisinde çözülür (6.8.2.1) 50 ml ölçekli bir cam kaba aktarılır, 50 ml'e tamamlanır (bal çözeltisi). Örnek hazırlandıktan sonra geciktirilmeden test edilir.

6.8.5.2 Fotometrik tesbitler

20 ml *bal çözeltisi* pipetle alınarak ayrı ayrı iki tüp içerisine konur. herbirine 5.0 ml *p-toluidin çözeltisi* ilâve edilir. Test tüplerinden birine pipetle 1 ml su, diğerine de 1 ml barbitürik asit çözeltisi konur, her iki karışım sallanarak çalkalanır. Su ilâve edilen, su beyazı görevi yapar. Ayıraçların ilâvesi aralık verilmeden yapılmalı ve yaklaşık 1-2 dakika içerisinde bitirilmelidir. 1 cm cell (hücre) kullanılarak 500 nm'de su beyazına karşı, örnek tüketimi en yüksek değere ulaşır ulaşmaz hemen okuma yapılır.

6.8.6 Hesaplama ve sonuçların ifadesi

Ticari veya laboratuvarında hazırlanmış HMF de çözülerek standardize edilmiş hydroxymethylfurfuraldehide (H.M.F.)'in standart çözeltisi kullanılarak ve 284 nm'de = 16.830 (J.H. Turner, 1954)'a spektrofotometrik olarak ayarlamak suretiyle yöntem kalibre edilebilir; 0-300 g'lık standartlar kullanılır.

Elde edilen sonuçlardan şu eşitlik kurulabilir:

$$\text{mg} / 100 \text{ g HMF} = \frac{\text{Absorbans}}{\text{Tabaka kalınlığı}} \times 19.2$$

Sonuçlar; mg HMF/kg bal, olarak ifade edilir.

6.9 Verilen referanslar

Chataway, H.D. (1932) *Canad. j. Res.* 6, 540; *Canad. j. Res.* 8, (1935) *Canad. Bee.* j. 43 (8): 215

- Hadorn, H. (1961) *Mitt. Gebiete Lebensm u. Hyg.*, 52, 67
- Kiermeier, F., Köberlein, W. (1954) *Z. Unters, Lebensmitt.* 98-329
- Lane, J.H., Eynon, L. (1923) *J. Soc. Chem. Ind.* 42, 32, T. 143 T
- Schade, J.E., Marsh, G.L., Eckert, J.E. (1958) *Food Research*, 22,446
- Turner, J.H., Rebers, P.A. Barrick, P.L., Cotton, R.H. (1954) *Anal. Chem.* 26, 898
- Walker, H.S. (1917) *J. Ind Eng. Chem.* 2, 490
- Wedmore, E.B. (1955) *Bee World*, 36, 197
- White, J.W., Kushnir, I., Subors, M.H. (1964) *Food Technol.* 18, 555
- White, J.W., Pairent, F.W. (1959) *J. O.A.C.* 42, 344
- Winkler, O. (1955) *Z. Lebensm. Untersuch. u. Forch.* 102, 161